

# **Einfluß der Karbidverteilung auf das Verhalten beim Weichglühen eines untereutektoiden Stahls**

**Doktorarbeit  
zur  
Erlangung des Grades  
Doktor-Ingenieur  
der  
Abteilung für Maschinenbau  
der Ruhr-Universität Bochum**

**von  
Celestine Kamma  
geboren in Mbaise, Nigeria**

**1976**

**Bochum 1975**



# **Einfluß der Karbidverteilung auf das Verhalten beim Weichglühen eines untereutektoiden Stahls**

**Doktorarbeit  
zur  
Erlangung des Grades  
Doktor-Ingenieur  
der  
Abteilung für Maschinenbau  
der Ruhr-Universität Bochum**



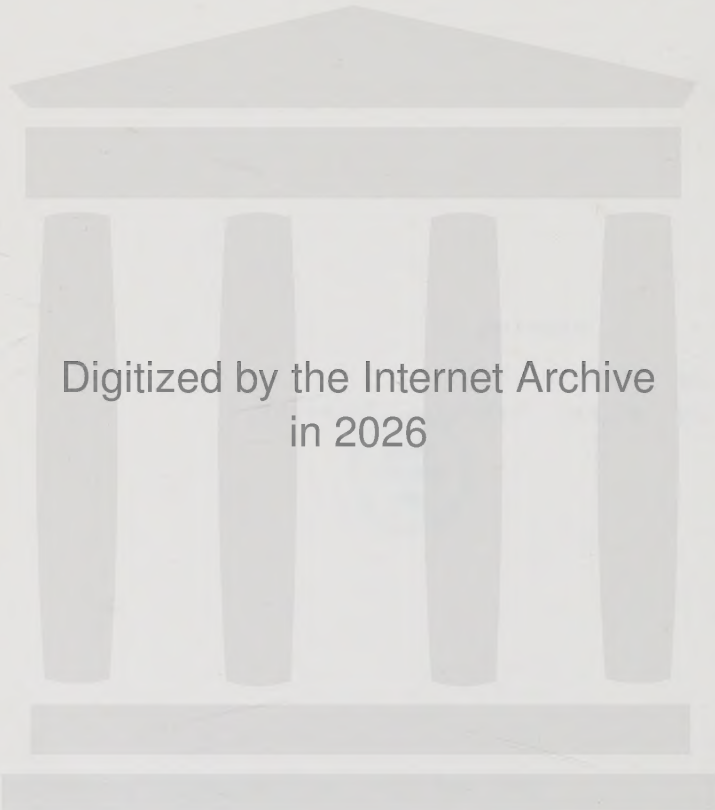
**von  
Celestine Kamma  
geboren in Mbaise, Nigeria**

**Bochum 1975**



Doktorarbeit eingereicht am : 15. 12. 1975  
Tag der mündlichen Prüfung : 27. 1. 1976  
Referent : Prof.Dr.-Ing. E. Hornbogen  
Korreferent : Prof.Dr.rer.nat. G. Lütjering

devoted to  
my parents and  
my eldest brother, Benedict.



Digitized by the Internet Archive  
in 2026

[https://archive.org/details/IA41546603\\_0016](https://archive.org/details/IA41546603_0016)

## Inhaltsverzeichnis

|      |                                                                                     |    |
|------|-------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1.0  | Einleitung                                                                          | 1  |
| 1.1  | Technische Bedeutung der Rekristallisation                                          | 1  |
| 1.2  | Rekristallisation mehrphasiger Werkstoffe                                           | 2  |
| 1.3  | Vergleich verschiedener ausscheidungshärtbarer Stähle                               | 7  |
| 1.4  | Das Fe-Fe <sub>3</sub> C-System                                                     | 9  |
| 1.5  | Ziel der Untersuchung                                                               | 11 |
| 2.0  | Versuchswerkstoff und Versuchsbedingungen                                           | 13 |
| 2.1  | Werkstoff                                                                           | 13 |
| 2.2  | Thermomechanische Behandlung                                                        | 13 |
| 2.3  | Metallographische Untersuchung der Rekristallisation                                | 15 |
| 2.4  | Mechanische Prüfung                                                                 | 17 |
| 3.0  | V Versuchsergebnisse                                                                | 19 |
| 3.1  | Herstellung der Fe-Fe <sub>3</sub> C Dispersionen                                   | 19 |
| 3.2  | Systematik der Reaktionstypen und deren Reihenfolge                                 | 21 |
| 3.3  | Kombiniertes Subkorn- und Teilchenwachstum bzw. Ausscheidung                        | 22 |
| 3.4  | Temperaturabhängigkeit des Rekristallisationsablaufs                                | 24 |
| 3.5  | Abhängigkeit des Rekristallisationsablaufs von Verformungsgrad                      | 25 |
| 3.6  | Einfluß der primären Teilchendispersion auf die Rekristallisation                   | 26 |
| 3.61 | Temperaturabhängigkeit                                                              | 27 |
| 3.62 | Zeit bis zum Rekristallisationsbeginn in Abhängigkeit von Verformungsgrad           | 28 |
| 3.63 | Härteverlauf in Abhängigkeit von Temperatur, Verformungsgrad und Teilchendispersion | 28 |
| 3.64 | Anteil des Ausheilgrades bei Erholungs- und Rekristallisationsprozessen             | 30 |
| 3.65 | Verformungsgradabhängigkeit der mittleren Korngröße im rekristallisierten Gefüge    | 33 |

|                                                                                    |    |
|------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.66 Tabellen der experimentell ermittelten Daten<br>des Rekristallisationsablaufs | 34 |
| 3.7 Mikroskopische Beobachtung des Rekristalli-<br>sationsablaufs                  | 36 |
| 3.8 Mechanische Eigenschaften der verschiedenen<br>Gefügetypen                     | 37 |
| 4.0 Erörterung der Ergebnisse                                                      | 41 |
| 4.1 Beginn der Rekristallisation                                                   | 41 |
| 4.2 Ablauf der Rekristallisation                                                   | 49 |
| 4.3 Korrelation mit mechanischen Eigenschaften                                     | 53 |
| 5.0 Zusammenfassung                                                                | 57 |
| Literaturverzeichnis                                                               | 59 |
| Tabellen                                                                           | 62 |
| Abbildungen                                                                        | 66 |

## 1.0 Einleitung

### 1.1 Technische Bedeutung der Rekristallisation

Durch Kaltverformung wird ein metallischer Werkstoff in einen instabilen Zustand überführt, der gekennzeichnet ist durch Veränderung der mechanischen Eigenschaften: Erhöhung der Härte, Streckgrenze und Festigkeit bei gleichzeitig verringerter Dehnung, Einschnürung und Kerbschlagzähigkeit.

Ein Weichglühen im Anschluß an die Kaltverformung führt zum Abbau der Verformungsspannungen und zur Ausheilung der vorher eingebrachten Gitterstörungen. Dies geschieht durch eine Reihe komplizierter Vorgänge, die unter dem Sammelbegriff REKRISTALLISATION zusammengefaßt werden.

Im allgemeinen läuft die Rekristallisation in drei Teilschritten ab <sup>1)</sup>:

- a) BILDUNG von Rekristallisationsfronten,
- b) deren BEWEGUNG, bis
- c) diese mit anderen Fronten zusammenstoßen, worauf WACHSTUM der neugebildeten Körner einsetzt.

Entsprechend kann man die Rekristallisation gezielt beeinflussen, in dem man durch geeignete Versuchsbedingungen die einzelnen Teilschritte beschleunigt oder verzögert. Damit besitzt man eine Möglichkeit zur gezielten Gefügeherstellung deren technische Bedeutung sich kaum überbewerten läßt.

Man kann, z.B. durch Beschleunigung der BILDUNG und BEWEGUNG der Rekristallisationsfronten erreichen, daß sehr fein verteilte rekristallisierte Körner entstehen, die den Vorteil einer Feinkornhärtung bewirken. Bei Stählen ohne Umwandlung (z.B. bei rein ferritischen und rein austenitischen Stählen) ist dies überhaupt die einzige Möglichkeit, die Korngröße zu beeinflussen bzw. eine gewünschte Korngröße herzustellen <sup>2)</sup>.

Umgekehrt können durch bestimmte Versuchsbedingungen die Rekristallisationsvorgänge gezielt verzögert oder sogar ganz unterdrückt werden. Ein derartiges Vorgehen besitzt einen wichtigen technologischen Wert, wenn es darum geht z.B. :

- a) durch Kombination von Aushärtung und mechanischer

Verfestigung hohe Festigkeit zu erzeugen. Typische Beispiele sind "D.S.L." (dispersionsgehärtetes Blei) und das unter dem Namen "thoriated Nickel" bekannte rekristallisationsgeglühte Nickel <sup>3,4)</sup>.

- b) das Erweichen des Materials zu behindern.
- c) Glühtexturen gezielt herzustellen.
- d) günstige Bedingungen zum Weichglühen heterogener Legierungen zu finden.
- e) durch Behinderung des Kornwachstums, eine gewisse Gefügeanisotropie zu erzeugen <sup>5)</sup>. In diesem Zusammenhang ist die in jüngster Zeit entwickelten "gerichteten Rekristallisation" zu erwähnen, die zur Erzeugung von Säulengefügen in warmfesten Nickel-Legierungen geführt hat <sup>6)</sup>.
- f) technisch realisierbare thermomechanische Bedingungen zur Erzeugung von Mikroduplexgefügen in Legierungen herauszufinden <sup>7)</sup>.

## 1.2 Rekristallisation mehrphasiger Werkstoffe

Die meisten metallischen Werkstoffe sind entweder ausscheidungsfähige Mischkristalle oder mehrphasige Legierungen. Das Rekristallisationsverhalten dieser Werkstoffgruppe ist ziemlich kompliziert und weist gegenüber dem der reinen Metalle Besonderheiten auf, die nicht ohne weiteres zu deuten sind. Die Theorien <sup>8,9,10)</sup> über Rekristallisationskeimbildung und -wachstum gelten fast ausschließlich für hochreine Metalle. Sie, unmodifiziert auf die Verhältnisse bei mehrphasigen Werkstoffen anzuwenden, kann kaum zu einem brauchbaren Ergebnis führen <sup>11-13)</sup>. Ein hinreichendes Verständnis des Rekristallisationsverhaltens mehrphasiger Werkstoffe wird jedoch möglich, wenn man von den verschiedenen Zuständen ausgeht, in denen die einzelnen Phasen vorliegen können und deren Einfluß auf den Rekristallisationsprozeß untersucht.

Geht man z.B. davon aus, daß die zweite Phase eines zweiphasigen Gefüges schon vor der Verformung in Form von kleinen Teilchen

in den Körnern der ersten Phase eingebettet ist, dann sind grundsätzlich zwei verschiedene Reaktionen möglich:

- a) Die Teilchen können bei der Verformung durch die Versetzungen nicht geschnitten werden; sie bleiben also erhalten.
- b) Die Versetzungen durchlaufen die Teilchen, so daß nach starker Verformung die Teilchen ganz zerstört worden sind.

Zu a):

Verhalten sich die Teilchen gegenüber der Rekristallisationsfront stabil, so üben sie eine rücktreibende Kraft,  $P_T$ , auf die Front aus. Für kugelförmige regellos verteilte Teilchen wurde  $P_T$  zuerst von C. Zerner <sup>14)</sup>, später von M.F. Ashby <sup>15)</sup> abgeschätzt:

$$P_T = 3f_T \frac{\gamma_{KG}}{2r_T} \quad (1)$$

mit  $f_T$  = Teilchenvolumenanteil,  $r_T$  = Teilchenradius,  $\gamma_{KG}$  = spezifische Korngrenzenenergie.

Die Beziehung (1) läßt eine wichtige Schlußfolgerung zu. Teilchen einer zweiten Phase können den Rekristallisationsablauf verzögern, ganz verhindern oder auch beschleunigen, je nachdem wie groß die treibende Kraft der Rekristallisation im Verhältnis zur rücktreibenden Kraft,  $P_T$ , ist. Welcher Fall eintritt, hängt von  $f_T$  und  $r_T$  ab.

Bei sehr großem  $f_T$  und kleinem  $r_T$ , etwa wie in den martensit-aushärtenden Stählen, kann die Rekristallisation ganz unterdrückt werden <sup>16)</sup>.

Umgekehrt ist ein kleiner Volumenanteil  $f_T$  nicht unbedingt eine Garantie für einen normalen Ablauf der Rekristallisation, denn kleine, sehr fein verteilte Teilchen behindern die Versetzungsbewegung und damit die Bildung von Rekristallisationskeimen; die verminderte Keimzahl wird zu einer verzögerten Rekristallisation führen <sup>5)</sup>.

Andererseits kann trotz eines großen Volumenanteils,  $f_T$ , eine Beschleunigung der Rekristallisation in einer Legierung beobachtet werden; dies wird dann der Fall sein, wenn die Teilchen grob sind und an den Phasengrenzen bevorzugt Keimbildung auftritt. In der Tat hat sich aus experimentellen Untersuchungen für die Auslösung der Rekristallisation durch Teilchen folgende

formelmäßige Bedingung ergeben <sup>1)</sup>:

$$\zeta \leq r_T \quad (2)$$

$\zeta$  ist der Krümmungsradius der Rekristallisationsfront. Daraus erfolgt, daß für jeden Wert von  $r_T$  eine bestimmte treibende Kraft, d.h. eine bestimmte Versetzungsdichte,  $N$ , notwendig ist, damit bevorzugte Keimbildung an der Teilchengrenzfläche auftreten kann. Mit dem Schubmodul,  $\mu$ , und dem Burgersvektor,  $b$ , ergibt sich folgende Beziehung:

$$N = \gamma_{KG} / 2\mu b^2 r_T \quad (3)$$

Zu b):

Können die Versetzungen die Teilchen durchlaufen (wie in z.B. Cu-Co-Legierung), so werden nach starker Verformung die Teilchen von den durchlaufenden Versetzungen ganz zerstört, so daß zu Beginn der Rekristallisation ein übersättigter Mischkristall vorliegt <sup>7)</sup>.

Übersättigte Mischkristalle weisen ein besonderes Rekristallisationsverhalten auf, das stark von der Glühtemperatur und der Ausscheidungsweise abhängig ist (siehe weiter unten).

Teilchen einer zweiten Phase werden die Bewegung der Versetzungen bei der Verformung und somit die Versetzungsdichte und -anordnung nach der Verformung beeinflussen. Hierdurch haben die Teilchen die Möglichkeit, die Verteilung der Verformung im Kristall zu beeinflussen und somit den Ablauf der Rekristallisation indirekt zu steuern. Fälle sind bekannt, in denen eine Homogenisierung der Verformung durch Teilchen zur Verzögerung der Rekristallisation geführt hat <sup>18,19)</sup>.

Wird eine Legierung als übersättigter Mischkristall verformt, kann der Fall eintreten, daß die Teilchen erst während der Rekristallisationsglühung aus dem übersättigten Mischkristall ausgeschieden werden. Dabei ist mit einer wechselseitigen Beeinflussung von Ausscheidung und Rekristallisation zu rechnen. Die dabei möglichen Reaktionen lassen sich in den bekannten Zeit-Temperatur-Reaktionsdiagrammen <sup>20,21)</sup> gut darstellen.

Anhand eines solchen Temperatur-Zeit-Diagrammes der Ausscheidungs- und Rekristallisationsreaktionen einer Legierung bestimmter Konzentration,  $C_0$ , und bestimmter Defektdichte,  $N_0$ , können drei Temperaturbereiche mit verschiedener Reihenfolge der Reaktionen unterschieden werden:

- 1) Rekristallisation im homogenen stabilen Mischkristall.

Rekristallisation wird beeinflusst durch:

- a) treibende Kraft,  $P_v$ , durch den Abbau hoher Versetzungsdichten vor der Rekristallisationsfront,

$$P_v = \mu b^2 (N_0 - N_1) \quad (4a)$$

mit  $\mu$  = Schubmodul,  $b$  = Burgersvektor,  $N_0$ ,  $N_1$  = Versetzungsdichte vor bzw. hinter der Reaktionsfront.

- b) rücktreibende Kraft der Segregation,  $P_s$ , die um so größer ist, je größer die Wechselwirkungsenergie mit der Grenze ist <sup>22</sup>.

- 2) Vollständige Rekristallisation im übersättigten Mischkristall mit anschließender Ausscheidung.

Die Rekristallisation wird nur durch  $P_v$  beeinflusst. Teilchenkontrolliertes Kornwachstum nach abgeschlossener Rekristallisation ist möglich.

- 3) Wechselseitige Beeinflussung von Ausscheidung und Rekristallisation.

Auf die Reaktionsfront wirken folgende Kräfte:

treibend

- a)  $P_v$  : (siehe Gleichung 4a).

b)  $P_c$  : Im Falle einer diskontinuierlichen Ausscheidung die gleichzeitig mit der Rekristallisation erfolgt, wirkt eine chemische Kraft,  $P_c$ . Ihre Größe hängt ab von 1) Energie des übersättigten Mischkristalls und der stabilen Phase, 2) Volumenanteil sowie Grenzflächenenergie des ausgeschiedenen Teilchens. Unter der Voraussetzung einer idealen verdünnten Lösung beträgt die chemische Kraft,

$$P_c = nRT \ln(C_1/C_0) \quad (4b)$$

verzögernd

- c)  $P_T$  : (siehe Gleichung 1, S.3)

Es bedeuten:

$C_0$  = Gleichgewichtskonzentration der stabilen Phase,

$C_1$  = Konzentration des übersättigten Mischkristalls

$T$  = absolute Temperatur

$R$  = Gaskonstante

$n$  = Molzahl im übersättigten und entmischten Zustand.

In diesem Bereich nimmt mit abnehmender Auslagerungstemperatur der ausgeschiedene Volumenanteil zu und die Teilchengröße ab. Dadurch wird die rücktreibende Kraft,  $P_T$ , größer und Versetzungsumordnung wird erschwert. Die diskontinuierliche Rekristallisation läuft dann sehr langsam ab.

Nimmt die Auslagerungstemperatur weiter ab, so kommt man zu einem Temperaturbereich in dem die Teilchendisersion,  $f_T/r_T$ , so groß wird, daß alle Versetzungen von Teilchen festgehalten werden; dann gilt die Beziehung:

$$P_T + P_S > P_V + P_C.$$

Die Rekristallisation läuft nur noch kontinuierlich ab (in situ Rekristallisation), und wird in der Hauptsache durch Teilchenumlösung gesteuert.

Neben den Legierungen mit Teilchen einer zweiten Phase, d.h. einem relativ kleinen Anteil der zweiten Phase sind Legierungen, z.B.  $\alpha/\beta$  Messing, zu betrachten in denen beide Phasen mit annähernd gleichen Volumenanteilen vorkommen. Um das Rekristallisationsverhalten solcher Legierungen zu verstehen, muß man folgendes berücksichtigen:

a) Rekristallisationsverhalten der einzelnen Phasen.

Es ist zu erwarten, daß die Phasen nacheinander rekristallisieren, da sie sich im allgemeinen hinsichtlich ihrer Struktur, Versetzungsanordnung und Diffusionskoeffizienten unterscheiden.

b) Rolle der Phasengrenzen hinsichtlich Verschiebung, Neubildung und Auflösung bei veränderter Glühbedingung. Wird z.B. die Auslagerungstemperatur so gewählt, daß sich der Volumenanteil der zuletzt rekristallisierten Phase entsprechend dem geänderten Gleichgewicht erhöht, dann kann die Phasengrenze die

Bildung von Rekristallisationskeimen für diese Phase begünstigen, und die Rekristallisation dadurch beschleunigen. Dies wurde kürzlich an  $\alpha + \beta$  Messing gezeigt <sup>23)</sup>.

### 1.3 Vergleich verschiedener ausscheidungshärtbarer Stähle

Das Rekristallisationsverhalten mehrphasiger Legierungen ist, wie im Abschnitt 1.2 gezeigt wurde, kompliziert und oft nicht ohne weiteres zu verstehen; man beobachtet sowohl Beschleunigung, Verzögerung als auch Verhinderung der Rekristallisation.

Im folgenden sollen die Besonderheiten der Rekristallisation von Werkstoffen dieser Gruppe anhand einiger ausscheidungshärtbarer Stähle exemplarisch besprochen werden:

#### Fe-Cu Legierungen

Die maximale Löslichkeit von Kupfer in  $\alpha$ -Eisen beträgt etwa 1,9 Atom%. Aus dem  $\alpha$ -Fe-Mischkristall scheidet sich das Kupfer in Form von kleinen Teilchen aus. Die Teilchen bilden mit der Matrix eine inkohärente Grenzfläche <sup>21,24,25)</sup>. Das Rekristallisationsverhalten dieser Legierung wird durch den Gehalt an Kupfer bestimmt. Mit zunehmendem Legierungsgehalt verzögert sich die Rekristallisation. Wie Versuchsergebnisse an Fe-0,4 Cu und Fe-1,1 Cu zeigen, hängt der Rekristallisationsmechanismus in dieser Legierung von der Teilchendispersion ab <sup>26)</sup>. In der Legierung Fe-0,4 Cu erfolgt die Rekristallisation im Bereich der wechselseitigen Beeinflussung von Rekristallisation und Ausscheidung. Bei Fe-1,1 Cu läuft die Rekristallisation aufgrund der höheren Übersättigung ausschließlich kontinuierlich ab, da hier die Teilchenausscheidung grundsätzlich vor der Rekristallisation beginnt.

#### Fe-Ni Legierungen

Normalerweise läuft bei hohen Glühtemperaturen die Rekristallisation von Substitutionsmischkristallen des  $\alpha$ -Eisens im homogenen Mischkristall ab. Die Fe-Ni Legierungen sind in dieser Hinsicht als Ausnahmen zu betrachten. Der Grund dafür liegt in

dem anormalen Ausscheidungsverhalten dieses Legierungstyps. Oberhalb einer bestimmten Temperatur wird das kubisch raumzentrierte Gitter instabil, und es beginnt die Ausscheidung von nickelreichen  $\gamma$ -Mischkristallen <sup>27)</sup>. Folglich wird in Fe-Ni Legierungen mit erhöhter Temperatur die Rekristallisation durch die  $\alpha \rightarrow \beta$ -Umwandlung beeinflusst. Es tritt eine neue kombinierte Reaktion auf. Diese Möglichkeit wird technisch ausgenutzt zur gezielten Herstellung von Mikroduplexgefügen <sup>7)</sup>.

Im allgemeinen beobachtet man in dieser Legierung jedoch folgende Reaktionsreihenfolge: Rekristallisation, Kornwachstum,  $\gamma$ -Ausscheidung. Dieser Ablauf wurde auch in einer Rekristallisationsuntersuchung an Eisen mit 6 % Ni bestätigt <sup>28)</sup>, wo unter anderem folgendes festgestellt wurde:

- a) Unterhalb der Gleichgewichtslinie läuft nur die Rekristallisation ab.
- b) Im  $\alpha + \beta$ -Gebiet kann bei genügend hohem Verformungsgrad die Rekristallisation bis zum Ende laufen, bevor die  $\gamma$ -Ausscheidung beginnt.
- c) Zur Herstellung des Duplexgefüges wurde die Legierung durch Glühen im  $\gamma$ -Gebiet und martensitische Umwandlung bei der Abkühlung homogenisiert. Das martensitische Gefüge wurde dann verformt (mindestens 50 %). Rekristallisation trat in der  $\alpha$ -Phase auf; die Bildung von  $\gamma$ -Teilchen an den Knotenlinien der neugebildeten Korngrenzen behinderten weiteres Kornwachstum.

### Mikrolegierte Baustähle

Kennzeichnend für die Zusammensetzung der mikrolegierten Baustähle sind der ziemlich kleine Gehalt an Kohlenstoff und an stark karbidbildenden Elementen, die nur eine geringe Löslichkeit in Fe bei den üblichen Normalisierungs- bzw. Härtungstemperaturen besitzen. Man hat es hier zu tun mit niedrigem Volumenanteil (unter 1 %) von sehr feinverteilter Teilchendispersion. Die beim Homogenisieren nicht aufgelösten Teilchen, z.B. TiC, und Schlackeneinschlüsse können an ihrer Grenzfläche die Rekristallisation auslösen <sup>29)</sup>.

Im allgemeinen jedoch sind die mikrolegierten Baustähle sehr rekristallisationsträge. Die Rekristallisationsfronten werden durch die feinverteilten Teilchen stark behindert, so daß bei

kleinem Verformungsgrad und niedriger Glüh­temperatur die Rekristallisation ganz ausbleiben kann. Bei relativ großen Verformungsgraden scheiden sich die Teilchen an den Subkorn­grenzen aus. Dort vergrößern sie sich durch beschleunigtes Umlösen; dadurch kommt es zu einer unvollständigen Rekristallisation. Erst unter extremen Bedingungen (hohe Temperatur, hoher Verformungsgrad) kann mit einer vollständigen Rekristallisation gerechnet werden (16,29,30).

### Martensitahärtende Stähle

Diese Legierungsgruppe wird durch einen relativ hohen Volumenanteil (etwa 10 %) von Teilchen gekennzeichnet. Dadurch wird im gesamten Temperaturbereich des  $\alpha$ -Mischkristalls und bei allen Verformungsgraden die Rekristallisation verhindert (16). Rekristallisation tritt erst bei höheren Temperaturen zusammen mit der  $\alpha \rightarrow \gamma$  Umwandlung auf.

### Fe-Mn-O Legierungen

Bei diesen Legierungen scheint eine wesentliche Verzögerung der Rekristallisation aufzutreten, vorausgesetzt, daß Mn und  $O_2$  gleichzeitig in Fe gelöst sind. Diese Erscheinung führt Leslie (31) auf die Bildung von Mn- bzw.  $O_2$ -Kluster zurück. Die Wirksamkeit der Oxideinschlüsse als Stellen bevorzugter Rekristallisationskeimbildung scheint hier infolge ihrer geringen Anzahl von untergeordneter Bedeutung zu sein. Umgekehrt lösen bei Fe-O Legierungen die Oxideinschlüsse die Rekristallisation aus (31).

## 1.4 Das Fe-Fe<sub>3</sub>C-System

Der Kohlenstoff ist das weitaus wichtigste Legierungselement des Eisens. Soweit er nicht im Eisen gelöst ist, kann er im Gleichgewichtszustand elementar als Graphit, im metastabilen Gleichgewicht gebunden als Eisenkarbid vorliegen. Dementsprechend werden für Eisen-Kohlenstoff Legierungen zwei verschiedene Zustandsdiagramme angegeben: einmal für das System Eisen-Eisenkarbid (Fe-Fe<sub>3</sub>C), das für die reinen Eisen-Kohlenstoff Legierungen

praktisch immer anzuwenden ist, und für das System Eisen-Graphit (Fe-C) <sup>32)</sup>. Das Eisenkarbid  $\text{Fe}_3\text{C}$  enthält 6,67 % Kohlenstoff und wird metallographisch als Zementit bezeichnet.

Das Eisen selbst kann in verschiedenen allotropen Modifikationen, z.B. als  $\gamma$ -Mischkristall (Austenit),  $\alpha$ -Mischkristall (Ferrit), auftreten, die ein unterschiedliches Lösungsvermögen für den Kohlenstoff besitzen. Das hat folgende praktische Bedeutung für die Wärmebehandlung von Eisen-Kohlenstoff Legierungen. Es können grundsätzlich drei Gefügetypen produziert werden:

- a) Korngefüge mit  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchendispersion,
- b) Duplexgefüge <sup>33)</sup>, oder
- c) Mischgefüge aus Ferrit und Perlit, was üblicherweise bei kontinuierlicher Abkühlung durch den Temperaturbereich, in dem die  $\alpha \rightarrow \gamma$  Umwandlung auftritt, vorkommt.

Dem Gefügetyp a) kommt eine besondere Bedeutung zu, will man auf das Rekristallisationsverhalten der Eisen-Kohlenstoff Legierung eingehen. Die Herstellung der  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen geschieht über die  $\gamma \rightarrow \alpha$  Umwandlung. Meistens sind dazu zwei Teilvorgänge nötig <sup>2)</sup>:

- 1) Umwandlung des  $\gamma$ -Eisengitters in das  $\alpha$ -Gitter,
- 2) Ausscheidung des Kohlenstoffs als Eisenkarbid (Zementit).  
Hieran schließt sich gegebenenfalls die Einformung des Karbids an, die aber nicht unmittelbar mit den Vorgängen 1) und 2) zusammenhängt.

In Wirklichkeit sind die Ausscheidungsvorgänge in Eisen-Kohlenstoff Legierung sehr kompliziert. Kristallographisch unterschiedliche Formen von Eisenkarbiden sind möglich. Ihre Gestalt, Reihenfolge der Entstehung, Größe und Verteilung können von Kohlenstoffgehalt und Abkühlungsgeschwindigkeit aus dem  $\gamma$ -Gebiet sowie Auslagerungstemperatur und -dauer abhängen. Hierzu ist ziemlich viel geschrieben worden <sup>34,35,36)</sup>.

Demgegenüber können die bisherigen vereinzeltten Arbeiten über das Rekristallisationsverhalten bzw. Verhalten beim Weichglühen in Eisen-Kohlenstoff Legierungen kaum als erschöpfend bezeichnet werden.

Mit einigem Recht kann die 1963 von Venturello und Mitarbeitern <sup>17)</sup> gemachte Feststellung in einer Fe-0,0005 Gew. % C-Legierung als die Pionierarbeit auf diesem Gebiet angesehen werden. Sie beobachteten ein unterschiedliches Rekristallisationsverhalten je nachdem, ob eine Unterschreitung oder Überschreitung der Löslichkeitsgrenze des

Eisens für den Kohlenstoff vorlag. Dies ausschließlich mit Hilfe der Detert-Lücke-Theorie zu deuten, kann kaum zu einem überzeugenden Erfolg führen.

In der Arbeit von D. T. Gawne et al <sup>37)</sup> ging es lediglich darum das Rekristallisationsverhalten von Eisen mit groben Teilchen zu untersuchen, wobei der komplizierende Einfluß der Ausscheidungsfolge unberücksichtigt blieb.

Die weiteren Arbeiten wurden an Eisen mit sehr niedrigen Kohlenstoffgehalten durchgeführt, mit dem Ziel, entweder die Analogie zwischen der durch die  $\gamma$ - $\alpha$  Umwandlung entstandenen Martensit und einem verformten metallischen Werkstoff hinsichtlich der Defekttypen zu demonstrieren <sup>38)</sup>, oder den Einfluß von Erholungs- und Vorglühungen auf das Rekristallisationsverhalten zu finden <sup>39)</sup>.

Ob der Martensit während des Temperns überhaupt rekristallisieren kann, wird bezweifelt <sup>40)</sup>.

## 1.5 Ziel der Untersuchung

Die Betrachtungen der Abschnitte 1.2 bis 1.4 lassen erkennen, daß das Rekristallisationsverhalten bzw. Verhalten beim Weichglühen mehrphasiger Gefüge befriedigend erklärt werden kann, wenn bekannt ist,

- a) ob es sich um einen homogenen Mischkristall handelt,
- b) ob die Teilchen erst während oder vor der Rekristallisationsglühung aus einem übersättigten Mischkristall ausgeschieden werden,
- c) welche Teilchendisposition vor der Rekristallisationsglühung vorliegen.

Ziel dieser Untersuchung ist daher, unter Berücksichtigung der Aspekte a), b), c) als Parameter, das Rekristallisationsverhalten eines zweiphasigen Gefüges zu untersuchen. Es soll hier die Untersuchung an einer einzigen Legierung vorgenommen werden, um die Zahl der Versuche zu begrenzen.

Es ist ferner beabsichtigt, die mechanischen Eigenschaften der

wichtigsten Gefügezustände zu untersuchen. Durch die Untersuchung soll die Grundlage geschaffen werden für eine allgemeingültige Beurteilung der Rekristallisation in mehrphasigen Legierungen sowie ein verbessertes Verständnis für eine gezielte Gefügeherstellung.

Wegen der großen technischen Bedeutung der untereutektoiden Baustähle erweist sich die Wahl eines Kohlenstoffstahles als Versuchsmaterial als zweckmäßig.

## 2.0 Versuchswerkstoff und Versuchsbedingungen

### 2.1 Werkstoff

Zur Durchführung der Arbeit lag ein unlegierter Stahl der DIN-Bezeichnung C22 vor, der von der Firma Hoesch Dortmund als Barren (50x50x280 mm) geliefert wurde.

Die chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 1 angegeben. Abb. 1 zeigt einen schematischen Ausschnitt des Eisen-Eisenkarbid-Systems, in dem der Kohlenstoffgehalt der vorliegenden Legierung eingetragen ist.

### 2.2 Thermomechanische Behandlung

Zunächst wurde das in Anlieferungszustand vorliegende Material in Tafeln (10x10x90 mm) zersägt. Um Proben gleicher Endquerschnitte bei verschiedenen Verformungsgraden,  $\epsilon$  (= % Dickenabnahme) zu bekommen, wurden einige dieser Tafeln auf entsprechende Abmessung heruntergewalzt. Diese so vorpräparierten Proben dienten als Ausgangsmaterial.

#### Thermomechanische Vorbehandlung

Ziel der thermomechanischen Vorbehandlung war die Herstellung eines möglichst breiten Spektrums von Dispersionsgefügen, die als Parameter für das Rekristallisationsverhalten dienen sollten. Hierzu galt es, zwei Extremfälle mit einzubeziehen:

- a) den homogenen Mischkristall (Martensit),
- b) das Ferrit-Perlit-Gefüge, wobei die Perlitinseln als die "größten" Teilchen der Untersuchung angesehen werden könnten.

Für die Wahl der günstigsten Wärmebehandlungsbedingungen wurde das Eisen-Eisenkarbid-Diagramm (Abb. 1) zur Hilfe herangezogen. Die vorpräparierten Proben wurden bei 870°C, 40 min. homogenisiert und in Wasser (20°C) abgeschreckt.

Dieser abgeschreckte Zustand, Martensit (M), wurde dann als Ausgangsgefüge zur Herstellung verschiedener Teilchendispersionen angelassen. Die Anlaßbedingungen für die ganz großen Teilchen, M650, waren bei 980 h, 650°C; und für die sehr feinen (M 300) 1 h, 300°C. Die entsprechende Bedingung für die Teilchen der mittleren Größe (M 550) war 1 h, 550°C.

Nach beendetem Anlassen wurden die Proben sofort in Wasser ( $20^{\circ}\text{C}$ ) abgekühlt.

Bei der Herstellung des Perlit-Gefüges (P) wurde der Martensit nochmals auf die Homogenisierungstemperatur gebracht, dort 10 min. ausgelagert und dann auf  $650^{\circ}\text{C}$  abgeschreckt; bei dieser Temperatur wurde die Probe 20 min. lange ausgelagert und anschließend in Luft abgekühlt.

Eine schematische Darstellung des Herstellungsprozesses aller dieser Gefügetypen zeigen Abb. 2a,b.

Dieser Vorbehandlung war eine Voruntersuchung vorausgegangen, in der verschiedene thermomechanische Bedingungen zur Herstellung günstiger Teilchengrößen und -dispersionen ausprobiert wurden; z.B. wurden die Proben zwischen dem Abschrecken und dem Anlassen unterschiedlich durch Kaltwalzen verformt, oder mehrfach abwechselnd gewalzt und angelassen, um das Ausscheidungsverhalten des Martensits zu variieren. Da alle diese Mühe keinen wesentlichen Erfolg erbrachte, wurde die relativ einfache, oben beschriebene Herstellungsweise vorgezogen.

#### Thermomechanische Behandlung (Verformung + Rekristallisationsglühung = Nachbehandlung)

Für die Rekristallisationsglühungen wurden die vorbehandelten Proben unterschiedlich kaltgewalzt. Es wurden folgende Verformungsgrade (%) ausgewählt: 0, 10, 30, 50, 70, 80, 90, 95,5. Anschließend wurden die in Streifen ( $1 \times 7 \times 800 \text{ mm}$ ) vorliegenden Proben auf die endgültige Probenabmessung ( $1 \times 7 \times 15 \text{ mm}$ ) zerschnitten.

Der Einfluß der verschiedenen Dispersionen auf das Rekristallisationsverhalten wurde durch Auslagerungen unterschiedlicher Dauer bei  $500^{\circ}\text{C}$ ,  $550^{\circ}\text{C}$  und  $600^{\circ}\text{C}$  untersucht.

Sämtliche Wärmebehandlungen fanden in Muffelöfen der Firma Heraeus statt. Die Temperaturschwankungen dieser Öfen lagen bei etwa  $\pm 3^{\circ}\text{C}$ .

Die Kennzeichnung der verschiedenen Proben soll im folgenden durch die Angabe:

$V/\epsilon\%/T, \dots$   
erfolgen.

$V$  = Kennzeichnung der jeweiligen Dispersion durch die Vorbehandlung: M, M 300, M 550, M 650, P.

$\epsilon\%$  = die vor der Rekristallisationsglühung erfolgte Probendickensabnahmen (= Verformungsgrade in %).

$T$  = Temperatur ( $^{\circ}\text{C}$ ) der Rekristallisationsglühung (= Auslagerungstemperatur).

$\dots$  = Auslagerungsdauer bei  $T$ .

### 2.3 Metallographische Untersuchung der Rekristallisation

Das Rekristallisationsverhalten wurde durch eine Kombination von Härtemessungen, verschiedenen mikroskopischen Methoden sowie Röntgenbeugung verfolgt.

#### Härtemessung

Die verschiedenen Stadien des Rekristallisationsablaufs wurden mit Hilfe von Härtekurven gewonnen. Anhand der Ergebnisse der Härtemessungen erfolgte die Wahl von wichtigen, charakteristischen Gefügeständen für die mechanischen und mikroskopischen Untersuchungen.

Die Härtemeßreihen wurden mit einem Leitz-Kleinhärteprüfer mit Vickers-Pyramide bei einer Belastung von "500p" aufgestellt.

#### Lichtmikroskopie

Die aus dem Verlauf der Härtekurven ermittelten Rekristallisationsstadien (Beginn, Verlauf und Ende der Rekristallisation) wurden lichtmikroskopisch überprüft.

Das Auftreten der ersten lichtmikroskopisch sichtbaren rekristallisierten Körner wurde als Rekristallisationsbeginn festgelegt. Darüberhinaus erfolgte die Kennzeichnung der rekristallisierten Gefüge durch die Lichtmikroskopie, wobei sich von Fall zu Fall eine Überprüfung der Ergebnisse am Quantimet der "Metals Research Limited, Cambridge" sowie mit Hilfe des Raster-

elektronenmikroskops (Mark IIa, Cambridge Instruments) als zweckmäßig erwies.

Zur lichtmikroskopischen Untersuchung wurden die Proben auf rotierenden Schleifpapierscheiben der Körnungen 120, 220, 400, 600 naß angeschliffen und anschließend elektrolytisch mit Struers Lectropol poliert. Hierbei wurden folgende Arbeitsbedingungen eingehalten:

Elektrolyt: Struers A2  
Spannung : 60 V  
Polierzeit : 15 s

Aufgrund der Verschiedenheit der Gefügezustände mußten unterschiedliche Ätzlösungen angewandt werden. Nach Ausprobieren verschiedener Möglichkeiten <sup>41,42)</sup> erwiesen sich folgende Kombinationen als zweckmäßig:

P : 2 ml Salpetersäure  
98 ml Äthylalkohol  
Die Perlitinseln erschienen in fast unentwickeltem Ferrit.

M 300 : Alkalische Natriumpikratlösung <sup>41)</sup> zur  
M 500 Hervorhebung der  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen.  
M 650

M : Fe 3 in <sup>41)</sup>, zur Entwicklung der Korngröße  
in martensitischem Gefüge.

Zur Untersuchung des Rekristallisationsablaufs wurden die Proben einheitlich mit 3 % alkoholischer Salpetersäure angeätzt.

### Röntgenbeugung

Die Verbreiterung von Reflexen bei den Röntgenstrahlaufnahmen hat sich als ein wirksames Verfahren zur Beurteilung von Rekristallisationsabläufen bewährt <sup>16)</sup>. Daher wurde dieses Verfahren oft als ein relativ einfaches, dennoch zuverlässiges Entscheidungskriterium herangezogen.

Es wurde im Rückstrahlbereich eines Philips PW 1130-Röntgengeräts gearbeitet:

Röhre : Co

Filter : Fe

Abstand, Film - Blende : 10 mm.

Film - Probe : 11,8 mm.

### Elektronenmikroskopie

Sofern die Untersuchung der Rekristallisationsmechanismen lichtmikroskopisch nicht möglich war, geschah dies transmissions-elektronenmikroskopisch.

Das benutzte Transmissionselektronenmikroskop war ein Philips E M 300.

Die Proben wurden von beiden Seiten unter Wasserabkühlung auf ca. 0,1 mm Dicke (600-Schleifpapier) heruntergeschliffen. Anschließend wurden sie nach dem Düsenstrahlverfahren zu durchstrahlbaren Folien abgedünnt:

Elektrolyt : Struers A8

Spannung : 90 V

Temperatur: 14°C

Zur Reinigung wurde mit Methanol gespült und anschließend in Luftstrom getrocknet.

Für die quantitative Auswertung der feinen Teilchendispersionen M 300 und M 550 wurden zur elektronenmikroskopischen Untersuchung auf folgende Weise Replikas hergestellt:

- 1) Schleifen der 7 x 15 mm großen Proben auf einer Seite bis zum 600-Schleifpapier,
- 2) Diamantpolieren bis zur Stufe 0,25  $\mu$ m,
- 3) Tieferes Ätzen als für die normale Lichtmikroskopie. Als Ätzmittel diente folgende Lösung: 4g Pikrinsäure, 100 ml Äthylalkohol, 3 Tröpfchen konzentrierte Salzsäure,
- 4) Herstellung von Formvarabdrücken nach der Standardmethode <sup>43)</sup>.

### 2.4 Mechanische Prüfung

Die mechanischen Eigenschaften wurden für folgende typische Gefüge aus den im Zugversuch aufgenommenen Spannungs-Dehnungs-Kurven ermittelt:

- a) Unverformtes Gefüge,
- b) Verformtes Gefüge.

- c) Erholtes Gefüge,
- d) Mischgefüge: erholte und rekristallisierte Anteile,
- e) Vollständig rekristallisiertes Gefüge.

Die Durchführung der Versuche erfolgte mit einer Zugprüfmaschine der Firma Zwick vom Typ Z 1362 mit elektronischer Kraft-Dehnungs-Messung und konstanter Abzugsgeschwindigkeit von 0,6 mm/min.

Die Form der Versuchsproben entsprach DIN 50114 mit einer zugelassenen modifizierten Meßlänge von 30 mm.

### 3.0 Versuchsergebnisse

#### 3.1 Herstellung der Fe-Fe<sub>3</sub>C Dispersionen

Unter der Überschrift "Thermomechanische Behandlung" wurde im Abschnitt 2.2 die Herstellung der verschiedenen Dispersionen M, M 300, M 550, M 650, P geschildert, die als Ausgangsmaterial für diese Untersuchung dienen sollen. Das Gefüge dieser Ausgangsmaterialien wird in Abb. 3a-f gezeigt:

M: Abb. 3a zeigt das charakteristische martensitische Gefüge eines untereutektoiden Kohlenstoffstahles <sup>44)</sup>. In den Martensitnadeln findet man keine Zwillinge; die Versetzungsdichte ist relativ hoch und liegt in der Größenordnung von  $3-9 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  <sup>45)</sup>. Innerhalb der Nadeln sind die Versetzungen zellenförmig ( rd.  $0,25 \mu\text{m}$  Zellendurchmesser <sup>46)</sup> ) angeordnet. Die Grenzen der Martensitnadeln besitzen den Charakter von Großwinkelkorngrenzen.

Bezeichnend für diesen Zustand ist die Tendenz der im homogenen Mischkristall befindlichen Kohlenstoffatome sich während der Rekristallisationsglühung als Fe<sub>3</sub>C- Teilchen auszuscheiden.

M 300: Dieses Gefüge besitzt die feinste Teilchendispersion. Bei der relativ niedrigen Vorbehandlungstemperatur (300°C) und -zeit haben sich die Fe<sub>3</sub>C-Teilchen bevorzugt an den Grenzen der Martensitnadeln ausgeschieden und sind nadelförmig geblieben.

Einen Ausziehabdruck dieses Gefüges zeigt Abb. 3b.

M550 : Das Gefüge M 550 stellt die mittlere Teilchendispersion dieser Arbeit dar. Lichtmikroskopische und durchstrahlungselektronenmikroskopische Aufnahmen werden in Bild 3c,d wiedergegeben. Die Fe<sub>3</sub>C-Teilchen sind rund und ziemlich regellos verteilt.

M 650: Abb. 3e zeigt die größte Teilchendispersion. Die relativ großen Körner sind weitgehend versetzungsfrei; die Fe<sub>3</sub>C-Teilchen sind ziemlich homogen verteilt.

P: Das mit P bezeichnete Gefüge (Abb. 3f) besteht aus einem Gemisch von praktisch kohlenstofffreiem Ferrit und Perlit mit lamellarer Anordnung des Zementits.

Die wichtigsten Kennwerte dieser Ausgangsgefüge sind in Tabelle II zusammengestellt.

Es ist zu erwarten, daß die Teilchen während der Rekristallisationsglühung wachsen und dadurch das Rekristallisationsverhalten beeinflussen werden. Daher erscheint es vernünftig, das Teilchenwachstum unter entsprechenden Bedingungen getrennt zu untersuchen. Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind in Abb. 4a-d dargestellt, in denen die Teilchengrößen über der dritten Wurzel der Zeit<sup>47-49)</sup> getragen worden sind.

Genauso aufschlußreich sind die Veränderungen der Form und der Verteilung der Teilchen vor allem in den Zuständen M, M 300, M 550. Abb. 4e soll diese Sachlage erläutern:

M : Wie aus Abb. 4a hervorgeht, führt eine zusätzliche Verformung des Martensits vor dem Anlassen bei 550°C zu einer Verfeinerung der sich bei dieser Temperatur ausscheidenden Teilchen. Dies geht auch aus den elektronenmikroskopischen Aufnahmen in Abb. 4e1-3 hervor. Dort sind die aus den unverformten Proben ausgeschiedenen Teilchen grob und inhomogen verteilt (Abb. 4e1,2); bei der zusätzlich 90 %-verformten Probe beobachtet man trotz der langen 480-stündigen Anlaßzeit ein weitgehend gleichmäßige Teilchendispersion (Abb. 4e3).

M 300: Im Gegensatz zu dem mit M bezeichneten Gefüge zeigt der Zustand M 300 (Abb. 4b) praktisch keine Abhängigkeit des Teilchenwachstums vom Verformungsgrad. Die Wachstumskurven für verschiedene Verformungsgrade laufen fast parallel zu einander. Die zu Beginn des Anlassens (d.h. unmittelbar nach der Verformung) unterschiedlichen Teilchengrößen deuten auf ein Zerschneiden der Teilchen während des Verformungsprozesses.

M 550: Das Teilchenwachstum in Proben des Ausgangszustandes M 550 ist in Abb. 4c wiedergegeben. Ein Anzeichen für ein

Zerschneiden der Teilchen beim Verformen läßt sich hier nicht finden.

In Abb. 4d sind die Wachstumskurven von M, M 300 und M 550 für  $\epsilon = 50\%$ ,  $T = 550^\circ\text{C}$  gegenübergestellt. Die M300- und M550-Kurven sind zueinander parallel. Die entsprechende Kurve für M ist wesentlich steiler, d.h. im martensitischen Gefüge kommt es zu einer schnelleren Vergrößerung der aus dem homogenen Mischkristall ausscheidenden Teilchen.

### 3.2 Systematik der Reaktionstypen und deren Reihenfolge

Die Änderung der Härte während der Rekristallisationsglühung stellt ein wirksames Mittel zur Beurteilung des Rekristallisationsverhaltens dar. Im Prinzip lassen sich die bei dieser Untersuchung gefundenen Härtekurven wie in dem Schema in Abb. 5 darstellen.

Danach läßt sich der Härteverlauf grundsätzlich in die vier folgenden Bereiche einteilen:

- I: Im allgemeinen ein kurzzeitiger Anstieg der Härte zu Beginn der Rekristallisationsglühung. Der Grad des Anstiegs hängt von der Dispersion, dem Verformungsgrad und der Auslagerungstemperatur ab.
- II: Dem Bereich I schließt sich ein Härteabfall an, der in ein Plateau übergeht.
- III: Ein erneuter, im allgemeinen stärkerer Härteabfall. Das Auftreten dieses Bereiches hängt wieder von der Vorbehandlung, Verformungsgrad und Auslagerungstemperatur ab. Generell führt ein hoher Verformungsgrad zu einem früheren Auftreten dieses Bereiches. In einigen Fällen trat dieser Bereich überhaupt nicht auf.
- IV: Im allgemeinen ein Absinken der Härte, jedoch mit geringerer Steigung als in Bereich III.

Mit Hilfe von licht-, elektronenmikroskopischen sowie Röntgenbeugungsaufnahmen wurde das Gefüge einzelner Proben in diesen Bereichen der Härtekurven näher untersucht:

Gefügetyp I: Eine Veränderung der Versetzungsdichte und -an-

ordnung gegenüber dem verformten Zustand ist nicht eindeutig feststellbar. Man beobachtet Hinweise für Ausscheidung und Segregation von Kohlenstoff-Atomen (Abb. 6a). Die Röntgenbeugungsaufnahme (Abb. 6e) zeigt einen für stark verformte Proben typischen diffusen Ring<sup>50)</sup>.

Gefügetyp II: Bereich großer Versetzungsumordnung. Es bilden sich Versetzungsnetzwerke und Subkorn Grenzen; dieses Gefüge vergrößert sich mit der Zeit. Ein typisches Gefüge zeigt das elektronenmikroskopische Bild von Abb. 6b, aus dem das Zusammenspiel von Teilchenwachstum und Versetzungsumordnung hervorgeht. Die entsprechende Röntgenaufnahme (Abb. 6f) weist einen gegenüber Fall I schärferen Ring auf.

Gefügetyp III: Der Bereich III ist mit diskontinuierlicher Rekristallisation, d.h. Korngrenzenbewegung, verbunden. Dies verdeutlicht das teilrekristallisierte Gefüge in Abb. 6c. Entsprechend bilden sich in der Röntgenaufnahme anstelle des in Bereich II beobachteten Ringes einzelne Punkte (Abb. 6g).

Gefügetyp IV: Zu Beginn vom Bereich IV ist das Gefüge durch vollständige Rekristallisation versetzungsfrei. Eine Auslagerung der Proben in diesem Bereich IV ist mit dem Wachstum der schon rekristallisierten Körner verbunden (Abb. 6d). Die zugehörige Röntgenaufnahme (Abb. 6h) zeigt nur noch einzelne scharfe Punkte, entsprechend den nach beendeter Rekristallisation vorliegenden großen unverzerrten Körnern.

Demnach können den vier in den Härtekurven auftretenden Bereichen folgende Reaktionstypen zugeordnet werden:

- I : Segregation an Versetzungen,
- II : Kombinierte kontinuierliche Reaktion (Erholung),
- III: Diskontinuierliche Rekristallisation,
- IV : Kombiniertes Korn- und Teilchenwachstum nach beendeter Rekristallisation.

### 3.3 Kombiniertes Subkorn- und Teilchenwachstum bzw. Ausscheidung

Geht man davon aus, daß das Ausheilen aller Versetzungen auch über Subkornwachstum ablaufen kann, so erscheint es wichtig,

auf den Reaktionstyp näher einzugehen.

Wie bereits erwähnt spielen sich dabei zwei verschiedene Vorgänge gleichzeitig ab:

- a) Versetzungsumordnungen bzw. Subkornwachstum, und
- b) Umlösung bzw. Wachstum der durch die Vorbehandlung hergestellten Teilchen.

Folgende Möglichkeiten können während der Rekristallisationsglühung auftreten:

1) Die Vorbehandlungstemperatur ist höher als die Rekristallisationstemperatur. Dieser Fall kann bei den Gefügen P, M 650, M 550 auftreten. In diesem Fall können sich weitere  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen ausscheiden, die dann das Subkornwachstum zusätzlich erschweren. Im umgekehrten Fall, wenn die Vorbehandlungstemperatur niedriger als die Rekristallisationstemperatur war, etwa bei M 300 und M 550, wird Subkornwachstum begünstigt.

2) Die Teilchen bilden sich erst im Laufe der Rekristallisationsglühung, z.B. im Fall M.

Eine Beeinflussung des Subkornwachstums durch die Teilchen ist dann gering, wird erst später wirksam oder fehlt ganz. Welcher Fall eintritt, hängt im allgemeinen von Verformungsgrad und Auslagerungstemperatur ab.

3) Hat bei der Vorbehandlung bereits eine starke Einformung der  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen stattgefunden, kann mit einer Veränderung der Teilchendispersion während der Rekristallisationsglühung kaum gerechnet werden. Hier wird sich das Subkornwachstum unbeeinflusst abspielen. Einen typischen Fall zeigt die Auslagerung von niedrig verformten Proben der M 650-Serie bei  $600^\circ\text{C}$ .

4) In Proben der Serie M 550 beobachtet man einen besonderen Fall (Abb. 7): Am Ende vom Bereich I liegt eine durch die Teilchendispersion bedingte Subkorngröße vor (Abb. 7a). Mit zunehmender Auslagerungszeit wachsen einige Teilchen auf Kosten von anderen kleineren, wodurch weitere Versetzungsumordnungen möglich werden (Abb. 7b).

Bei einer ganz bestimmten Größe der Teilchen wird dann das weitere Subkornwachstum weitgehend unterdrückt. Das vollständige "Reinigen" der Subkörner von Versetzungen geschieht nun innerhalb der inzwischen stabilisierten Subkorn Grenzen (Abb. 7c). Dieser Sachverhalt geht auch aus dem in Abb. 8 dargestellten

Subkornwachstum hervor: Während die Subkorngröße zunächst mit der Wurzel aus der Zeit wächst, hört das Wachstum nach einer bestimmten Zeit auf. Zum Vergleich ist die entsprechende Kurve für die Dispersion M 300 mit eingezeichnet; anfangs wachsen die Subkörner langsamer als diejenigen von M 550. Nach etwa 20 min. verläuft die M 550-Kurve fast horizontal; während die Wachstumsgeschwindigkeit für die Proben aus M 300-Serie etwas zunimmt. Gegen Ende von Bereich II ist die mittlere Subkorngröße in beiden Proben etwa gleich groß.

Außerdem hängt das Subkornwachstum noch stark von Verformungsgrad ab; so ist die mittlere Subkorngröße der Proben M300/0%/ nach 100 min.-ger Auslagerung viel kleiner als die der Proben M300/90%/.

### 3.4 Temperaturabhängigkeit des Rekristallisationsablaufs

Es ist allgemein bekannt, daß das Auftreten der Rekristallisation sich in einem Härteabfall äußert. Eine bei verschiedenen Auslagerungstemperaturen aufgenommene Reihe von Härtekurven (Abschnitt 3.63) kann daher zur Untersuchung des Temperatureinflusses auf die Rekristallisation herangezogen werden.

Interessiert man sich ferner dafür, wie die Temperatur Beginn, Ende und die Kinetik der Rekristallisation beeinflusst, so trägt man die entsprechenden Werte aus den Härtekurven zweckmäßigerweise in das "Zeit-Temperatur-Diagramm" ein.

#### Zeit-Temperatur-Diagramm.

Hält man den Verformungsgrad,  $\epsilon$ , für eine bestimmte Dispersion, V, konstant, so läßt sich eine Beziehung, Reaktions-Gleichung, aufstellen, die die Temperaturabhängigkeit des Rekristallisationsbeginns,  $t_{RB}$ , angibt <sup>51)</sup>:

$$t_{RB} = t_o(\epsilon, V) \exp(Q(\epsilon)/RT) \quad (5)$$

Dabei bedeuten:

T absolute Temperatur,

R allgemeine Gaskonstante,

Q Aktivierungsenergie für Rekristallisation (entspricht etwa der Aktivierungsenergie für Selbstdiffusion)

$t_0$  Zeitkonstante, siehe Abb. 9.

Abb. 9 zeigt schematisch ein solches Diagramm. Angenommen die Rekristallisation erfolgt innerhalb eines Temperaturbereiches nach einem bestimmten Mechanismus, dann ist die Kurve für den Beginn ( $t_{RB}$ ) oder das Ende ( $t_{RE}$ ) der Rekristallisation geradlinig, etwa AB in Abb. 9. Tritt aber unterhalb einer bestimmten Temperatur ein anderer Mechanismus auf, so führt dies zum Ausbiegen aus der ursprünglichen Richtung, z.B. CGN oder EHM. Damit kann man aus dem Zeit-Temperatur-Reaktionsdiagramm Aussagen über mögliche temperaturbedingte Änderungen des Rekristallisationsmechanismus machen.

Abb. 10a-e zeigen die Reaktionsdiagramme für die verschiedenen Dispersionen, wobei sowohl  $t_{RB}$  als auch  $t_{RE}$  eingetragen sind. Der jeweilige Verformungsgrad dient als Parameter. Die wichtigsten Ergebnisse seien hier zusammengefaßt:

- a) Mit steigender Temperatur verkürzen sich  $t_{RB}$  und  $t_{RE}$ .
  - b) Die Steigung und Zeitkonstante der  $t_{RB}$ - und  $t_{RE}$ -Kurven hängen von der Dispersion ab. Die Steigung nimmt in der Reihenfolge P, M 650, M, M 300, M 550 ab; die Zeitkonstante wird in der gleichen Reihenfolge größer. Das heißt, im allgemeinen ist M 550 rekristallisationsträger als M 300. Je flacher die Kurve, desto größer ist die entsprechende Aktivierungsenergie.
  - c) Im allgemeinen tritt das Ausbiegen der  $t_{RB}$ - und  $t_{RE}$ -Kurven erst bei niedrigen Temperaturen auf, und zwar meist nur bei niedrigen Verformungsgraden (bis zu 30 %). Lediglich bei M 300 beobachtet man auch nach 95,5 % Verformung ein Ausbiegen im Bereich von 500°C.
- Die  $t_{RB}$ - und  $t_{RE}$ -Kurven für P weisen nirgends ein derartiges Ausbiegen auf.

### 3.5 Abhängigkeit des Rekristallisationsablaufs von Verformungsgrad

Ähnlich wie bei der Behandlung der Abhängigkeit der Rekristalli-

sation von Temperatur geht man bei Abhängigkeit vom Verformungsgrad zweckmäßigerweise so vor, daß man die Zeiten  $t_{RB}$  und  $t_{RE}$  zusammen mit den zugehörigen Verformungsgraden in ein Zeit-Verformungsgrad-Reaktionsdiagramm einträgt. Dabei werden die drei Auslagerungstemperaturen  $500^{\circ}\text{C}$ ,  $550^{\circ}\text{C}$ ,  $600^{\circ}\text{C}$  als Parameter verwendet. Die entsprechenden Diagramme sind in Abb. 11a-n wiedergegeben.

Man erkennt folgenden allgemeinen Trend:

Die Zeit bis zum Beginn der Rekristallisation nimmt mit zunehmendem Verformungsgrad monoton ab. Im Falle M 300 beobachtet man jedoch diesen allgemeinen Tendenz nur bis zu einer Verformung von ca. 80 %; ab 90 % biegen die Kurven zu längeren Zeiten hin aus.

Die  $t_{RB}$ -Kurven lassen sich generell in zwei Abschnitte aufteilen: ein relativ steiler Abschnitt im Bereich hoher Verformungsgrade, gefolgt von einem weniger steilen bei den niedrigen Verformungsgraden. Dieser Trend ist bei M, M 550 zu beobachten.

Bei P und M 650 sind die  $t_{RB}$ -Kurven jedoch bei einer Auslagerungstemperatur von  $600^{\circ}\text{C}$  geradlinig; bei  $500^{\circ}\text{C}$  parabelförmig. Die Kurven für M 300 zeigen nur die Parabelform.

Die  $t_{RE}$ -Kurven ähneln den jeweiligen  $t_{RB}$ -Kurven. Lediglich bei M ist mit zunehmendem Verformungsgrad, ab ca. 70 %, ein Ausbiegen der Kurven zu längeren Zeiten zu erkennen.

### 3.6 Einfluß der primären Teilchendispersion auf die Rekristallisation

Als geeigneter Ausgangspunkt zur Analyse der Rekristallisation hat sich der bereits in Abschnitt 3.4 angeführte Zusammenhang zwischen  $t_{RB}$  und Auslagerungstemperatur (T) erwiesen:

$$t_{RB} = t_0(\epsilon V) \exp Q(\epsilon)/RT$$

Geht man von dem gleichen Ausgangszustand (V konstant) aus, und variiert lediglich  $\epsilon$  und T, so kommt man zu den in Abschnitt 3.4 und 3.5 behandelten Problemstellungen. Dort ging es in erster Linie darum, das verformungsgrad- bzw. temperaturbedingte Rekristallisationsverhalten in einer Dispersion (V) zu erfassen.

Hält man jedoch  $\epsilon$  und  $T$  konstant und variiert die Dispersion,  $V$ , so treten eine Reihe neuer Fragen auf, z.B.:

- 1) Wie unterscheiden sich die Rekristallisationsaktivierungsenergien,  $Q(V)$ , in Legierungen mit unterschiedlicher Vorbehandlung?
- 2) Wie weit wird  $t_0(\epsilon, V)$  durch Vorbehandlung beeinflusst?
- 3) Wie sieht eine Härtekurve aus, die nicht wie bisher  $T$  (Abschnitt 3.4) oder  $\epsilon$  (Abschnitt 3.5) sondern die Dispersion,  $V$ , als Parameter (Abschnitt 3.63) enthält? Welche mögliche Veränderung erfährt solche eine Kurve, wenn eine der Versuchsbedingungen z.B.  $\epsilon$  geändert wird? Diese Überlegungen sind für die Einstellung bestimmter mechanischer Eigenschaften von Bedeutung.
- 4) Wie rekristallisationsträge sind die einzelnen Dispersionen? In welchem Maße findet vor der Rekristallisation Erholung statt?
- 5) Wie hängt die mittlere Korngröße am Ende der Rekristallisation vom Verformungsgrad ab?

In diesem Abschnitt ist beabsichtigt, Versuchsergebnisse unter den obigen Gesichtspunkten zu betrachten.

### 3.61 Temperaturabhängigkeit

Aus dem  $t_{RB}$ -Temperatur-Reaktionsdiagramm (Abschnitt 3.4) ist eine wichtige Information zu erhalten nämlich die effektive Aktivierungsenergie der Rekristallisation.

Abb. 12a zeigt ein Reaktionsdiagramm ( $\epsilon = 50\%$ ) für die verschiedenen Dispersionen. Die sehr steil verlaufende Gerade bei P deutet auf einen gegenüber den übrigen Vorbehandlungen niedrigen Wert für  $Q$ ; während bei M 550 die größte Aktivierungsenergie für die Rekristallisation auftritt. Entsprechend nimmt die Rekristallisationsträgheit in dieser Reihenfolge zu: P, M 650, M, M 300, M 550. Eine Erhöhung des Verformungsgrades bewirkt, daß die entsprechenden Geraden steiler werden; die Aktivierungsenergie nimmt also mit dem Verformungsgrad ab. Das wird in Abb. 12b ( $\epsilon = 90\%$ ) deutlich.

In Abb. 13a, b sind die entsprechenden  $t_{RE}$ -Temperatur-Reaktions-

diagramme dargestellt. Die einzelnen Geraden sind in der Regel gegenüber den  $t_{RB}$ -Kurven flacher und zu längeren Zeiten verschoben. Dieser Unterschied in der Steigung der  $t_{RB}$ - bzw.  $t_{RE}$ -Reaktionskurven für die verschiedenen Ausgangszustände kann als Hinweis für unterschiedliche Rekristallisationsmechanismen in den verschiedenen Dispersionen angesehen werden.

### 3.62 Zeit bis zum Rekristallisationsbeginn in Abhängigkeit von Verformungsgrad

Vergleichbare  $t_{RB}$ - $\epsilon$ -Reaktionsdiagramme verschiedener Dispersionen sind in Abb.14 gegenübergestellt.

Im allgemeinen nimmt  $t_{RB}$  mit abnehmendem Verformungsgrad zu; unterhalb von 10 %-Verformung tritt in M 300, M 550 unter den Versuchsbedingungen keine Rekristallisation auf.

Wenn man die Kurven für die einzelnen Dispersionen im  $t_{RB}$ -Temperatur-Reaktionsdiagramm auf  $T = \infty$  extrapoliert, kann man die Reaktionsgleichung

$$t_{RB} = t_o(V, \epsilon) \exp Q(\epsilon)/RT$$

$$\text{mit } T \rightarrow \infty$$

in der folgenden Form umschreiben:

$$t_{RB} = t_o(V, \epsilon) \quad (6)$$

Faßt man einen bestimmten Verformungsgrad,  $\epsilon$ , ins Auge, so sieht man, daß der Rekristallisationsbeginn,  $t_{RB}$ , auch über  $t_o$  durch die Vorbehandlung, V, beeinflusst wird;  $t_o$  nimmt im allgemeinen in der folgenden Reihenfolge zu: P, M 650, M, M 300, M 550.

### 3.63 Härteverlauf in Abhängigkeit von Temperatur, Verformungsgrad und Teilchendispersion

Der allgemeine Verlauf der in dieser Untersuchung gefundenen Härtekurven wurde bereits im Zusammenhang mit den Reaktionstypen in Abschnitt 3.2 geschildert. Ergänzend zu dem dort Gesagten soll hier auf die durch Teilchendispersions-, Verformungs- und Temperatureinfluß bedingten Härteänderungen während der Rekristallisationsglühung näher eingegangen werden.

#### Einfluß der Rekristallisationsglühtemperatur

Die in Abb. 15c-e dargestellten Härtekurven der Dispersionen M, M 300, M 550 zeigen den typischen Einfluß der Auslagerungstemperatur auf den Verlauf der Härtekurven während der Rekristallisationsglühung.

Eine Erhöhung der Temperatur führt im allgemeinen zu einer Erniedrigung des Härteanstiegs in Bereich I der Reaktionstypen (z.B. 600°C-Auslagerung der Dispersion M, Abb. 15c) oder zu einer Verkürzung (Abb. 15e) bzw. sogar zum Wegfall dieses Bereiches. Das oft beobachtete Plateau in Bereich II der Härtekurven verschiebt sich mit abnehmender Temperatur zu längeren Zeiten. Bei M 300 (Abb. 15d) ist zu erkennen, daß der sich anschließende Härteabfall in Bereich III für die Rekristallisationsglühtemperatur 500°C nicht mehr ausgeprägt ist; in der Dispersion M550 (Abb. 15e) fehlt dieser Abfall ganz, d.h. die diskontinuierliche Rekristallisation tritt bei diesen Bedingungen gar nicht auf. Die Härtekurve für Proben der Dispersion M zeigt bei der niedrigsten Auslagerungstemperatur, 500°C, nur einen sehr kleinen Härteabfall in Bereich III, um dann erneut in ein Plateau einzumünden, dessen Härte noch erheblich über dem Wert für diskontinuierlich rekristallisierte Proben liegt. Hier läuft die diskontinuierlich begonnene Rekristallisation nicht bis zum Ende ab.

Im wesentlichen entsprechen die Härtekurven der Dispersionen M 650 und P denen von M, M 300 und M 550.

Oberhalb eines Verformungsgrades von 10 % zeigen Proben der Dispersion P für alle drei Auslagerungstemperaturen diskontinuierliche Rekristallisation; im Falle M 650 gilt dies nur für 550°C und 600°C.

Härteverlauf für verschiedene Dispersionen in Abhängigkeit von

### Verformungsgrad

Abb. 15a-f geben eine Zusammenstellung der Härtekurven in Abhängigkeit der Teilchendisersion und des Verformungsgrades wieder.

Die Härte der unverformten Proben aller Dispersionen nimmt mit zunehmender Rekristallisationsglühdauer monoton ab. Die bei verformten Proben beobachteten Bereiche I-IV lassen sich nicht erkennen (Abb. 15f).

Die durch unterschiedliche Vorbehandlung hergestellten Ausgangsgefüge weisen nach der Verformung (d.h. vor Beginn der Rekristallisationsglühung) eindeutig verschiedene Härten auf (Abb. 15a,b). Die Härte nimmt in folgender Reihenfolge zu: M 650, P, M 550, M 300, M.

Im allgemeinen treten die vier Bereiche der Härtekurven mit zunehmendem Verformungsgrad deutlicher auf; das gilt besonders für den Anstieg in Bereich I. In der Dispersion M 300 fehlt dieser Bereich allerdings bei hohen Verformungsgraden (z.B. 90%).

Abb. 15a zeigt die Härtekurven der 30 %-verformten Proben aller Dispersionen während einer Auslagerung bei 500°C. Im Bereich II fällt die Härte der Dispersion M stark ab, die von M 550 und M 300 dagegen nur mit geringer Steigung; bei letzteren fehlen die Bereiche III und IV ganz.

Bei M tritt zwar eine diskontinuierliche Rekristallisation auf, die aber nicht vollständig bis zum Ende abläuft; die Härtekurve geht in ein Plateau über, dessen Härtewerte ebenso wie die von M 300, M 550 erheblich über dem Wert für vollständig rekristallisierte Proben liegen.

### 3.64 Anteil des Ausheilgrades bei Erholungs- und Rekristallisationsprozessen

Die Vorgänge in allen vier Reaktionsbereichen sind mit Härteveränderungen verbunden. Das Ausmaß der Defektausheilung in einer Reaktionsstufe ist für den Ablauf der nachfolgenden Stufe von Bedeutung. Deshalb ist es sinnvoll, die der Härteänderung zugrundegelegte Ausheilung der Defekte in den

Bereichen I (Segregation), II (Erholung) und III (diskontinuierliche Rekristallisation) quantitativ zu untersuchen.

Es werden deshalb "Ausheildigramme" aufgestellt, die das Verhältnis der zeitlichen Härteänderung zum gesamten Härteabbau bis zum Ende der diskontinuierlichen Rekristallisation als Funktion der Zeit angeben.

Die zusätzliche Eintragung der (gestrichelten) Rekristallisationskurven (R) in das Diagramm hat den Vorteil, daß zu jeder Zeit während der Auslagerung die durch Erholung bzw. Rekristallisation erfolgte Defektausheilung anteilmäßig auf der Ordinate ablesbar ist.

Zunächst soll auf die Temperatur- und Verformungsgradabhängigkeit (Abb. 16a-c bzw. 17a-c) der Ausheilung bei den einzelnen Dispersionen eingegangen werden. Es folgt dann (Abb. 18a-c) eine Gegenüberstellung vergleichbarer Ausheildigramme unter Berücksichtigung des Einflusses von Verformungsgrad und Teilchendisposition.

Im Zusammenhang mit Abb. 5 werden zur Darstellung dieser Diagramme folgende Bezeichnungen gewählt:

$$\begin{aligned} \Delta H(t) &= \text{Unterschied zwischen Anfangshärte und Härte zur Zeit } t \\ \Delta H_A &= \text{gesamter Härteabfall durch Erholung (E) und Rekristallisation (R)} \\ &= \Delta H_E + \Delta H_R \\ A &= \text{Ausheilgrad} \\ &= \Delta H(t) / \Delta H_A \\ E &= \text{Erholungsgrad} \\ &= \Delta H_E(t) / \Delta H_E \\ E^* &= \text{gesamte Ausheilung durch Erholung} \\ &= \Delta H_E / \Delta H_A \\ R &= \text{Rekristallisationsgrad} \\ &= \Delta H_R(t) / \Delta H_R \\ R^* &= \text{gesamte Ausheilung durch Rekristallisation} \\ &= \Delta H_R / \Delta H_A \end{aligned}$$

Temperaturabhängigkeit,  $\epsilon = 50\%$  = konstant, (Abb. 16a-e)

M: Abb. 16a zeigt die A- und R-Kurven der 50 %-verformten Proben der Vorbehandlung M. Die R-Kurven zeigen eine typische S-Form

wie man sie aus Rekristallisationsdiagrammen kennt, in denen der rekristallisierte Volumenanteil über der Zeit aufgetragen wird <sup>38)</sup>.

Im allgemeinen erfolgt über 50 % der Ausheilung während der Erholung. Mit zunehmender Auslagerungstemperatur wird die S-Form der A- und R-Kurven weniger ausgeprägt. Dies hängt wohl damit zusammen, daß mit zunehmender Temperatur Erholung und Rekristallisation schneller ablaufen.

M 300, M 550: Der bei M beobachtete Trend ist auch bei M 300 (Abb. 16b) und M 550 (Abb. 16c) zu erkennen. Der Härteabfall durch Erholung nimmt jedoch monoton mit steigender Temperatur ab.

M 650: Die Kurven für die Dispersion M 650 weisen im wesentlichen den gleichen Trend wie bei M auf. Auffallend ist der sehr kleine Härteabfall durch Erholung bei 600°C; bei 550°C beträgt der relative Härteabfall durch Erholung 0,58 gegenüber 0,36 bei 500°C. Man beobachtet bei 550°C ein überraschend rekristallisationsträges Verhalten.

P: Die Ausheilung erfolgt in dieser Dispersion vor allem durch diskontinuierliche Rekristallisation. Der Härteabfall durch Erholung liegt im allgemeinen bei etwa 0,3.

Verformungsgradabhängigkeit,  $T = 500^{\circ}\text{C} = \text{konst.}$  (Abb. 17a-e)

Abb. 17a-e zeigen den Ausheil-(A) bzw. Rekristallisationsgrad (R) verschiedener Dispersionen in Abhängigkeit vom Verformungsgrad. Tabelle IV gibt den relativen Härteabfall für Erholung und Rekristallisation in Abhängigkeit vom Verformungsgrad für die Rekristallisationstemperatur 500°C wieder.

M: Im unverformten Material erfolgt die Ausheilung nur durch Erholung. Die A-Kurven der verformten Proben zeigen im Bereich der Erholung nur eine geringe Abhängigkeit vom Verformungsgrad. Erst beim Übergang zur Rekristallisation ist eine derartige Abhängigkeit zu beobachten, wobei die diskontinuierliche Rekristallisation um so schneller einsetzt, je größer der Verformungsgrad ist. Im allgemeinen erfolgt etwa 60 % der Ausheilung durch Erholung. Eine verringerte Rekristallisationsgeschwindigkeit

gegen Ende der Rekristallisation ist sowohl bei niedrigen Verformungsgraden (z.B. bei 30 %, wo die Rekristallisation nicht bis zum Ende geht) als auch bei sehr hohen Verformungsgraden (z.B. 90 %) feststellbar (Abb. 17a).

M 300: Die Ausheilung der Defekte bei unverformten und schwach verformten (30 %) Proben erfolgt ausschließlich durch Erholung. Auffallend ist, daß die 90 %-verformten Proben eine längere Rekristallisationsdauer besitzt als die 50 %-verformten.

M 550: Die Defektausheilung in den 30 %-verformten Proben erfolgt ausschließlich durch Erholungsprozesse (Abb. 17c). Die Kurven der 50 %- und 90 %-verformten Proben ähneln einander und lassen eine eindeutige Abhängigkeit des Verformungsgrades erkennen; der Anteil des durch Erholungsprozesse erfolgenden Abbaus von Defekten nimmt mit steigendem Verformungsgrad ab.

M 650, P: Abb. 17d,e zeigen die Ausheilkurven für M 650 und P. Kleine und mittlere Verformungsgrade (30 %, 50 %) bewirken im allgemeinen gegenüber höheren Verformungsgraden eine schnellere Erholung, deren Ausmaß jedoch etwa dem nach höheren Verformungsgraden gleich ist. Der grössere Teil der Ausheilung findet während der Rekristallisation statt.

### 3.65 Verformungsgradabhängigkeit der mittleren Korngröße im rekristallisierten Gefüge

Keimbildungs- und Wachstumsgeschwindigkeit bestimmen Größe und Verteilung der Körner im rekristallisierten Gefüge. Daher wurde die Korngröße nach abgeschlossener Rekristallisation bestimmt, um daraus Aussagen über das Rekristallisationsverhalten machen zu können.

Zur Korngrößenbestimmung wurde das Kreisverfahren <sup>52)</sup> verwendet. Auf einem Bild mit der Vergrößerung  $m$  wurde ein Kreis mit dem Flächeninhalt  $F_k$  ( $\text{mm}^2$ ) gezeichnet. Dann ergeben sich für die mittlere Kornquerschnittsfläche  $A$  ( $\mu\text{m}^2$ ) und den mittleren Korndurchmesser  $D$  ( $\mu\text{m}$ ):

$$A = F_k \cdot 10^6 / m^2 (0,67 x + y) \quad (7)$$

$$\bar{D} = \sqrt{A} \quad (8)$$

Es bedeuten:

$x$  = Anzahl der durch die Kreislinie geschnittenen Körner.

$y$  = Zahl der vollständig im Kreisinnern liegenden Körner.

In Abb. 19 ist für alle Dispersionen die bei 550°C erzielte mittlere Korngröße  $\bar{D}$  am Ende der Rekristallisation in Abhängigkeit des Verformungsgrades dargestellt.

Generell nimmt die Korngröße zunächst ziemlich schnell mit zunehmendem Verformungsgrad ab; bei höheren Verformungsgraden nur noch langsam. Lediglich bei M 300 nimmt die Korngröße ab etwa 70 % Verformung wieder zu.

Im Bereich kleiner bis mittlerer Verformungsgrade (ca. 50 %) kann man die Dispersionen wie folgt nach der Korngröße (groß → klein) anordnen: M650, M550, M300, M, P.

Die entsprechende Reihenfolge bei 90 %-Verformung ist: M300, M, M650, P, M550.

#### 4.66 Tabellen der experimentell ermittelten Daten des Rekristallisationsablaufs

In den Tabellen III- VI sind die wichtigsten experimentell ermittelten Daten des Rekristallisationsablaufs für alle Dispersionen zusammenfassend dargestellt:

Tabelle III: Zeit bis zum Rekristallisationsbeginn ( $t_{RB}$ ) und -ende ( $t_{RE}$ ) bei verschiedenen Auslagerungstemperaturen und Verformungsgraden.

Tabelle IV: Gesamte Ausheilung durch Erholung ( $E^*$ ) und Rekristallisation ( $R^*$ ) in Abhängigkeit von Verformungsgrad. Auslagerungstemperatur = 500°C = konstant.

Tabelle V : Gesamte Ausheilung durch Erholung ( $E^+$ ) und Rekristallisation ( $R^*$ ) in Abhängigkeit von der Auslagerungstemperatur. Verformungsgrad = 50 % = konstant.

Tabelle VI : Mittlere Korngröße am Ende der Rekristallisation. Auslagerungstemperatur = 550°C.

Die in diesen Tabellen enthaltenen Informationen lassen sich folgendermaßen zusammenfassen:

### 1. Rekristallisationszeit.

Im allgemeinen verschieben sich mit steigender Auslagerungstemperatur und zunehmendem Verformungsgrad Beginn und Ende der Rekristallisation zu kürzeren Zeiten. Bei höherer Verformung als 90 % nimmt in M300 die Rekristallisationszeit jedoch mit weiter zunehmendem Verformungsgrad zu.

M550 zeigt sich als rekristallisationsträgst aller Dispersionen. M650 und P rekristallisieren am schnellsten.

Bei den 90 %-verformten Proben der Dispersion M tritt gegen Ende der Rekristallisation eine Verzögerung ein.

### 2. Ausheilung durch Erholungs- und Rekristallisationsprozesse.

Die Ausheilung der bei der Verformung erzeugten Defekte erfolgt bei kleinen Verformungsgraden und niedriger Auslagerungstemperatur meist nur durch Erholung. Eine vollständige Defektausheilung läuft bei höheren Verformungsgraden und Temperaturen im allgemeinen sowohl durch Erholungs- als auch Rekristallisationsvorgänge ab. Der Anteil der durch Erholung ablaufenden Ausheilung ist bei M650 und P am kleinsten; in diesen Dispersionen erfolgt die Ausheilung der Defekte zum größten Teil durch Rekristallisation.

### 3. Mittlere Korngröße am Ende der Rekristallisation.

Generell nimmt die mittlere Korngröße im vollständig rekristallisierten Gefüge mit zunehmendem Verformungsgrad ab. Ab 90 %-Verformung nimmt die Korngröße von M300 jedoch zu.

Die kleinste in dieser Untersuchung gefundene Korngröße wurde bei den 90 %-verformten Proben der Dispersion M550 erzielt ( $2,4\mu\text{m}$  bei 550°C-Auslagerungstemperatur). Die entsprechenden Werte in den anderen Dispersionen sind: P ( $7\mu\text{m}$ ); M650 ( $7\mu\text{m}$ ); M ( $12\mu\text{m}$ ); M300 ( $25\mu\text{m}$ ).

### 3.7 Mikroskopische Beobachtung des Rekristallisationsablaufs

Beginn und Ablauf der Rekristallisation in den verschiedenen Dispersionen wurden licht- bzw. elektronenmikroskopisch verfolgt. Die beobachteten Mechanismen sind anhand entsprechender Bilder in Abb. 20-23 dargestellt. Darüberhinaus sind schematische Darstellungen der jeweiligen Rekristallisationsmechanismen aufgeführt. Die wichtigsten charakteristischen Rekristallisationsmechanismen in den einzelnen Dispersionen sind:

M : Zunächst bilden sich in den am stärksten gestörten Kristallgebieten der schon versetzungsreichen Martensitmatrix Subkörner mit großem Orientierungsunterschied. Aus diesen Subkörnern bilden sich Rekristallisationskeime, die durch die sich ausscheidenden  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen in ihrem Wachstum etwas behindert werden. Die weitere Rekristallisation erfolgt durch Bewegung von Reaktionsfronten.

M300 : Rekristallisationskeimbildung aus Subkörnern; sehr starke Behinderung des Subkornwachstums durch  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen. Im allgemeinen fängt die Rekristallisation kontinuierlich an und geht dann in einen diskontinuierlichen Ablauf über. Bei niedriger Auslagerungstemperatur und kleinen (bis ca. 30 %) sowie ganz hohen Verformungsgraden läuft die Rekristallisation nur kontinuierlich ab.

M550 : Im Gegensatz zu M300 bilden sich hier regellos verteilte Subkörner etwa gleicher Orientierung, deren Begrenzungen nur sehr langsam den Charakter einer Rekristallisationsfront annehmen können. Die Wanderung der Fronten wird zusätzlich durch die nur langsam sich vergrößernden  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen erschwert. Bei tiefen Auslagerungstemperaturen und niedrigen Verformungsgraden erfolgt die Rekristallisation fast ausschließlich kontinuierlich. Im allgemeinen geht die kontinuierliche Rekristallisation jedoch allmählich in die diskontinuierliche über.

M650 : Rekristallisationskeime bilden sich bevorzugt an folgenden Stellen:

- a) Phasengrenzen der Schlackeneinschlüsse,
- b) Phasengrenzen der großen  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen,
- c) Ursprüngliche Korngrenzen.

In dieser Dispersion wurde ausschließlich diskontinuierliche Rekristallisation beobachtet.

Bei der Auslösung der Rekristallisation durch Teilchen spielt auch der Verformungsgrad eine wichtige Rolle. Abb. 23f (kristische Teilchengröße,  $d_{\text{Tmin.}}$ , als Funktion von Verformungsgrad) läßt die Bedingungen für eine Auslösung erkennen. Je höher der Verformungsgrad, desto kleiner ist die zur Rekristallisationsauslösung erforderliche Teilchengröße. Eine Erhöhung des Verformungsgrades über den zur Auslösung erforderlichen Wert hinaus kann die Entstehung mehrerer Rekristallisationskeime an einem Teilchen verursachen (Abb.23b).

P : Die wichtigsten Stellen für die Keimbildung sind die Perlit-Phasengrenzen und die Perlitinseln (Abb. 23a). In dieser Dispersion wird ebenfalls nur diskontinuierliche Rekristallisation beobachtet.

### 3.8 Mechanische Eigenschaften der verschiedenen Gefügetypen

Bei der Wahl der Proben für die mechanische Prüfung (Abschnitt 2.4) kam es in der Hauptsache darauf an, die durch die verschiedenen Reaktionstypen entstandenen Gefüge (Abschnitt 2.2) auf ihren mechanischen Eigenschaften zu untersuchen. Hierfür wurden Proben folgender Vorbehandlungen verwendet:

Reaktionstyp 0 : a) unverformtes Gefüge : M550; P  
b) verformtes Gefüge : M300; M550; M650

Reaktionstyp I : Gefüge im Bereich der Segregation: M300; M650

Reaktionstyp II : Erholtes Gefüge : M300; M650

Reaktionstyp III : Mischgefüge (= erholtes + rekristallisiertes Gefüge) : M300; M650

Reaktionstyp IV : Vollständig rekristallisiertes Gefüge: M300;M650

Eine Zusammenstellung der ermittelten mechanischen Eigenschaften dieser Gefüge enthält Tabelle VI.

### Streckgrenze ( $\sigma_s$ ) und Bruchfestigkeit ( $\sigma_b$ )

Weil aus dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm der meisten Gefüge kein eindeutiger Wert für eine diskontinuierliche Streckgrenze zu entnehmen war, wurde diese durch die 0,05 %-Dehngrenze angegeben. Wie Abb. 24a,b, zeigen, besteht qualitativ eine weitgehende Übereinstimmung zwischen den Härtekurven und dem Verlauf der Streckgrenze bzw. der Bruchfestigkeit.

Bei M650 verschlechtert sich sowohl  $\sigma_s$  als auch  $\sigma_b$  in folgender Reihenfolge der Gefügetypen: 0, I, II, III, IV.

M300 zeigt im Bereich I einen Anstieg von  $\sigma_s$  und  $\sigma_b$  und danach einen ständigen Abfall bis zum Bereich IV.

### Verlauf des Spannungs-Dehnungs-Diagramms

Abb. 24c zeigt einen Ausschnitt der aufgenommenen Spannungs-Dehnungs-Diagramme. Die wichtigsten Merkmale der Gefügetypen lassen sich folgendermaßen zusammenfassen:

Unverformtes Gefüge. Nach Erreichen der Streckgrenze nimmt die Verfestigung in M550 zu; die Probe zeigt bis zum Bruch eine relativ große Dehnung (Nr. 12 in Abb. 24c).

Verformtes Gefüge. M550/90 %/ zeigt gegenüber M550/0 %/ eine erhöhte Streckgrenze und eine viel kleinere Gleichmaß- bzw. Bruchdehnung (Nr.13). Das mit P bezeichnete Gefüge (Nr.11) zeigt eine ausgeprägte Streckgrenze.

Gefüge aus dem Bereich der Segregation. Nach Erreichen der Streckgrenze nimmt die Spannung weiter zu bis zum Maximum; kurz darauf erfolgt der Bruch. M650 (Nr.8) verhält sich duktiler als M300 (Nr.3), die dennoch eine größere Streckgrenze aufweist.

Erholtes Gefüge; Mischgefüge. Auffallend bei diesen Gefügearten ist das Absinken der Spannung gleich nach Überschreitung der Streckgrenze. Im allgemeinen liegt  $\sigma_s$  also tiefer als  $\sigma_b$  (Nr.4,5,9).

Vollständig rekristallisiertes Gefüge. Hier zeigt das Gefüge ein hohes Maß an Duktilität. Der Anstieg der Kurve nach Überschreitung der Streckgrenze ist bei M300 (Nr.6) steiler als bei M650 (Nr.10). M300 weist außerdem eine größere Bruchdehnung auf.

#### Zähigkeit:

Die Zähigkeit kann als eine zusammengesetzte Größe angesehen werden, in die neben der Streckgrenze noch die Verfestigung sowie die Bruchdehnung eingehen. Es erscheint daher zweckmäßig, sie als eine geeignete Basis zur Beurteilung der mechanischen Eigenschaften der gewählten Gefügetypen heranzuziehen.

Für die Bestimmung der Zähigkeit wurde die im Bereich der Gleichmaßdehnung liegende Fläche des Spannungs-Dehnungs-Diagramms (Abb.24c) verwendet. Diese Fläche (G) dient als Maß für die Verformungsarbeit, die zu absorbieren ist, ohne daß der Werkstoff zu Bruch geht.

Abb. 24d zeigt im Falle M300 und M650 diese Verformungsarbeit als Funktion der Streckgrenze. Die unverformten Proben der Vorbehandlung P und M550 sowie Gefüge des Reaktionstyps IV, die die relativ niedrigsten Streckgrenzen aufweisen, haben das beste Zähigkeitsverhalten.

Weniger zäh, aber mit höheren Streckgrenzen, sind Gefüge der Reaktionstypen II und III. Die Gefügetypen O (M300/90 %/, M550/90 %/, M650/90 %/) und I schneiden hinsichtlich der Zähigkeit am schlechtesten ab, weisen aber die höchsten Streckgrenzen auf.

Stellt man das  $\frac{\sigma_s}{\sigma_b}$  -Verhältnis als Funktion der Streckgrenze ( $\sigma_s$ ) auf, so kommt man (Abb.24f) zu folgender Gefügaufteilung:

A : Gefüge mit höchsten, zuverlässigen Streckgrenzen: Gefüge der Reaktionstypen O und I in M300.

B : Gefüge mit mittelmäßig hoher, zuverlässiger Streckgrenze.  
Hierzu gehören die Gefügetypen O und I aus der sehr großen Dispersion M650.

C : Sehr weiche Gefüge, wie sie nach der Rekristallisation

(Bereich III) auftreten.

D : Gefüge mit "unsicheren" Streckgrenzen, deren  $\sigma_s / \sigma_g$  -Verhältnis gegen 1 geht. Dazu zählen:

- 1) Gefüge des Reaktionstyps IV, wenn dies ganz grobe Teilchen enthält,
- 2) Erholtes bzw. Mischgefüge ( Gefügetyp II bzw. III oder ein Gemisch von beiden).

#### Mischgefüge:

Die wichtigsten mechanischen Eigenschaften der Mischzustände (erholtes und rekristallisiertes Gefüge) in den groben und feinen Dispersionen sind in Abb.24e gegenübergestellt.

Der gegensinnige Verlauf der Bruchdehnungs- ( $\delta_{pl}$ ) und Streckgrenzen-Kurven ( $\sigma_s$ ) ist eindeutig zu erkennen; die Höchstwerte von  $\sigma_s$  bzw. niedrigsten Werte von  $\delta_{pl}$  liegen nämlich bei 0% Rekristallisation(bzw. 100% Erholung), und die umgekehrten Werte bei 0% Erholung(bzw. 100% Rekristallisation).

Die feine Dispersion (M300) weist im gesamten Bereich der Mischzustände eine höhere Bruchdehnung als die grobe Dispersion (M650) auf. Unterhalb etwa 50 % Rekristallisation gilt das auch für die Streckgrenze. Ab etwa 50 % Rekristallisation weist M650 eine höhere Streckgrenze als M300 auf.

#### 4.0 Erörterung der Ergebnisse

Diese Untersuchung hat gezeigt, daß Rekristallisationsbeginn und -ablauf unterschiedlich von dem verwendeten Ausgangsgefüge abhängen. Es ist daher zweckmäßig, den BEGINN und ABLAUF der Rekristallisation bei der Erörterung der Versuchsergebnisse unabhängig von einander zu betrachten (Abschnitt 4.1 und 4.2). Im dritten Teil der Besprechung (Abschnitt 4.3) wird dann auf die Korrelation der bei der Arbeit erzielten Gefügetypen mit den mechanischen Eigenschaften einzugehen sein.

#### 4.1 Beginn der Rekristallisation

Das Ausgangsgefüge (Vorbehandlung) zu Beginn der Rekristallisationsglühung hat einen entscheidenden Einfluß auf die hier beobachteten Rekristallisationsmechanismen. Daher scheint es angebracht, zunächst die hier wesentlichen Besonderheiten der fünf dieser Untersuchung zugrundeliegenden Dispersionen aufzuführen:

M : Homogener ferritischer Mischkristall (Martensit). Durch die martensitische Umwandlung und den übersättigt in Lösung befindlichen Kohlenstoff erhält man ein verspanntes, versetzungsreiches Gitter. Neben den Versetzungen zählen segregierte Kohlenstoff-Atome<sup>53)</sup> sowie die Grenzen der Martensitnadeln zu den kennzeichnenden Gitterfehlern. Bemerkenswert ist, daß diese Dispersion bei der Rekristallisationsglühung zur Ausscheidung von  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen neigt.

M300 : Dieses Gefüge entsteht durch ein 1-stündiges Anlassen auf der niedrigen Vorbehandlungstemperatur von  $300^\circ\text{C}$ . Die Dispersion enthält dann nadelförmige, schneidbare  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen in feiner dennoch ungleichmäßiger Verteilung (Abb.3b). Bei der Auslagerung auf höheren Temperaturen ist mit Auflösung bzw. Vergrößerung dieser Teilchen zu rechnen. Gleich stark verformte M- und M300-Gefüge unterscheiden sich voneinander vor allem in folgender Hinsicht: Aufgrund des zusätzlichen Anlassens

weist M300 eine etwas niedrigere Versetzungsdichte sowie ein weniger verzerrtes Gitter auf.

M550 : Das Anlassen des Martensits auf einer der Rekristallisationsglühung vergleichbaren Vorbehandlungstemperatur ( $550^{\circ}\text{C}$ ) zur Herstellung der Dispersion M550 hat folgende Auswirkung. Im unverformten Zustand zeichnet sich M550 durch eine fast völlige Verzerrungsfreiheit des Gitters aus. Außerdem werden die runden mittelgroßen, nicht-schneidbaren  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen bei der Auslagerung gegenüber denjenigen in M300 und M wachstumsträger sein. Die wichtigsten Gitterfehler in dieser Dispersion sind Versetzungen und Teilchen.

M650 : Die größte Dispersion der Ausgangsgefüge wurde durch ein besonders langes Anlassen des Martensits bei  $650^{\circ}\text{C}$  erzeugt. Typisch für Gefüge aus dieser Vorbehandlung sind relativ große Teilchen in einer weitgehend versetzungsfreien Matrix. Da alle Auslagerungstemperaturen unterhalb  $650^{\circ}\text{C}$  lagen, muß während der Rekristallisationsglühungen mit einer Segregation der Kohlenstoff-Atome gerechnet werden.

P : Betrachtet man das Ferrit-Perlit-Gefüge (P) als einen extremen Fall von M650, dann stellen die einzelnen Perlitin Inseln besonders grobe "Teilchen" dar. Versetzungen, ursprüngliche Ferritkorngrenzen sowie Ferrit-Perlit-Phasengrenzen sind die wichtigsten Gitterfehler dieser Dispersion.

Mit dieser Übersicht über den Zustand der Ausgangsgefüge soll nun auf den Rekristallisationsbeginn eingegangen werden. In der Reaktionsgleichung (Gl. 5, Seite 24)

$$t_{\text{RB}} = t_0(\epsilon, V) \cdot \exp Q(\epsilon) / RT$$

ist die Zeit  $t_{\text{RB}}$  bis zum Rekristallisationsbeginn in Abhängigkeit von Temperatur,  $T$ , Vorbehandlung,  $V$ , Verformungsgrad,  $\epsilon$ , und Aktivierungsenergie der Rekristallisation,  $Q$ , gegeben. Hält man  $T$ ,  $V$  und  $\epsilon$  konstant, so stellt man fest, daß  $t_{\text{RB}}$

proportional  $\exp(Q)$  ist. Die Aktivierungsenergie stellt also ein wirksames Mittel zur Beeinflussung der Erholungsdauer (Bereich II, Abb.5) dar.

Im allgemeinen wird die Aktivierungsenergie,  $Q$ , sich aus vier Anteilen zusammensetzen <sup>54)</sup>:

$$Q = Q_0 - \tau \cdot V + Q_{BV} + Q_{TV} \quad (9)$$

Dabei bedeuten:

- $Q_0$  Aktivierungsenergie für Selbstdiffusion,
- $\tau$  Schubspannung, die auf eine Versetzung wirkt,
- $V$  Aktivierungsvolumen,
- $Q_{BV}$  Wechselwirkungsenergie: Fremdatom-Versetzung,
- $Q_{TV}$  Wechselwirkungsenergie: Teilchen- Versetzung.

Für die fünf Dispersionen M, M300, M550, M650, P ergibt sich dann:

$$\underline{M} : Q_M = Q_0 - \tau \cdot V + Q_{BV} \quad (10)$$

Zu Beginn der Auslagerung sind noch keine  $Fe_3C$ -Teilchen vorhanden, so daß  $Q_{TV}$  keinen Beitrag liefert.

Die Wirkung der Spannungsfelder der Versetzungen aufeinander ( $\tau \cdot V$ ) ist so groß, daß der Einfluß von  $Q_{BV}$  nicht mehr ins Gewicht zu fallen vermag. Allerdings werden bis zum Beginn der Rekristallisation je nach Höhe des Verformungsgrades und der Auslagerungstemperatur  $Q_{BV}$  und  $Q_{TV}$  zusammen einen nicht mehr zu vernachlässigenden Wert erreichen. Dennoch ist die Aktivierungsenergie  $Q_M$  für die Rekristallisation von M im allgemeinen klein und mit  $Q_0$  vergleichbar.

Deshalb können sich in einem verformten homogenen Mischkristall (M) ziemlich leicht Rekristallisationsfronten bilden; dies geht auch aus der elektronenmikroskopischen Aufnahme (Abb. 20c) hervor und wird in der schematischen Darstellung des Rekristallisationsmechanismus bei M (Abb.20f) gezeigt.

Eine Erhöhung der Auslagerungstemperatur führt zu einer Erniedrigung der Übersättigung, und damit zu einer Verminderung des ausscheidungs-fähigen Anteils der Kohlenstoff-Atome bzw. der Anzahl der ausgeschiedenen  $Fe_3C$ -Teilchen;  $Q_{BV}$  und  $Q_{TV}$  werden also in diesem Fall kleiner sein, und damit wird der Rekristallisationsbeginn begünstigt;  $t_{RB}$  nimmt daher schneller mit steigender Auslagerungstemperatur ab (Abb.10a1, 15c, Tabelle III)

als aus der Änderung der Temperatur in Gleichung 5 zu erwarten ist. Dies gilt für alle verwendeten Verformungsgrade (30, 50, 70, 90%). Umgekehrt ist bei niedriger Temperatur und kleinem Verformungsgrad der Betrag von  $Q_{BV}$  und  $Q_{TV}$  so bedeutsam, daß sich  $Q_M$  beträchtlich erhöht. In dem Reaktionsdiagramm von Abb. 10 a1 konnte  $t_{RB}$  für die 10 %-verformten bei 500°C ausgelagerten Proben im Rahmen dieser Untersuchung nicht mehr beobachtet werden. Auch für die Deutung des Zeit-Verformungsgrad-Reaktionsdiagrammes in Abb. 11a erhält man eine weitere Information, wenn man die Verformungsgradabhängigkeit der Aktivierungsenergie  $Q_M$  betrachtet. Im Bereich der höheren Verformungsgrade überwiegt der Einfluß von  $T_V$  (Gl. 10), so daß es durch die Erniedrigung von  $Q_M$  zu einer schnelleren Bildung der Rekristallisationsfronten kommt. Neben der Abhängigkeit der Zeit  $t_0$  vom Verformungsgrad liegt hierin der Grund für den steileren Verlauf der Kurven in diesem Bereich.

Der geringere Einfluß von  $T_V$  bei niedrigeren Verformungsgraden führt entsprechend zu dem flacheren Verlauf.

Da die Rekristallisation in dieser Dispersion im allgemeinen früh auftritt, soll die Ausheilung der Gitterdefekte vorwiegend erst im Verlauf der Rekristallisation zu erwarten sein. Die Angaben in Tabellen IV und V scheinen dies jedoch nicht zu bestätigen. Geht man jedoch von der schematischen Darstellung der Reaktionstypen (Abb. 5) aus, so ergibt sich folgendes: An der Stelle O weist der verformte Martensit eine besonders hohe Härte auf und zwar aufgrund der hohen Versetzungsdichte, Reck- bzw. Abschreckalterungseffekte und nicht zuletzt der Verspannung des tetragonalen Gitters. Bis zu Beginn vom Bereich III hat sich der Härtebeitrag aus den Versetzungen nicht entscheidend geändert, wohl aber durch Ausscheidung von  $Fe_3C$ -Teilchen derjenige aus den übrigen Faktoren. Dies ist mit einem großen Härteabfall und somit hohem  $\Delta H_E$  bzw.  $E^*$  verbunden. So kommt es, daß alle  $E^*$ -Werte für M in Tabelle IV und V unerwartet hoch liegen. Variiert man den Verformungsgrad, so führt dies im Endeffekt lediglich zur gleichen Verschiebung der Härtewerte bei O und RB (Abb. 5), ohne daß sich die Differenz zwischen diesen beiden Härtewerten ( $\Delta H_E$ ) entscheidend verändert; die Zeit  $t_{RB}$  bleibt jedoch

temperatur- sowie verformungsgradabhängig. In diesem Sinne kann man die scheinbare Temperatur- bzw. Verformungsgradunabhängigkeit von  $E^*$  (Tabelle IV,V) sowie die Erholungs-Rekristallisations-Kurven für M (Abb.16a, 17a) verstehen.

M300 : Die Bildung von wanderungsfähigen Rekristallisationsfronten in der Art, wie sie beim Martensit (M) zu beobachten war, ist in Gefügen der Reihe M300 aus zwei Gründen nicht möglich. Erstens fehlen hinreichend große Orientierungsunterschiede, wie sie zwischen den Martensitnadeln auftraten und für die Bildung von Rekristallisationsfronten unerlässlich sind <sup>55)</sup>. Zweitens ergibt sich aus einer Betrachtung der Aktivierungsenergie,  $Q_{M300}$ , aus Gleichung 9, daß aufgrund des großen Einflusses von  $Q_{BV}$  und  $Q_{TV}$  ein späterer Rekristallisationsbeginn zu erwarten ist. Bei M300 beobachtet man bei der Rekristallisationskeimbildung vier Stufen (Abb. 21e):

- a) Bildung von Zellstrukturen aus dem Verformungsgefüge (Abb.21a).
- b) Aus den Zellstrukturen entstehen durch Versetzungsumordnung Subkörner (Abb.21b).
- c) Wachsen der Subkörner; dadurch Erhöhung der Orientierungsunterschiede.
- d) Entstehung von wanderungsfähigen Reaktionsfronten aus Subkorn Grenzen mit relativ großem Orientierungsunterschied (Abb. 21c,d).

Dieser Mechanismus der Rekristallisationskeimbildung durch Subkornwachstum (Koaleszenz bzw. Rotation der Subkörner) ist auch in anderen Legierungen beobachtet worden <sup>51,56-58)</sup>.

Das Subkornwachstum wird durch das Teilchenwachstum während der Auslagerung kontrolliert (Abb.21b). Erst wenn sich ein an einem Versetzungsknoten befindliches Teilchen auflöst, erniedrigt sich dort die Aktivierungsenergie und damit auch die Trägheit zur Bildung einer Rekristallisationsfront. Durch die relativ wenigen Rekristallisationskeime, die auf diesem Wege entstehen, erklärt sich das grobkörnige Gefüge der rekristallisierten Proben aus der Serie M300 mit unregelmäßig großen Körnern (Abb. 21d; Tabelle VI).

Bei den höheren Auslagerungstemperaturen ( $550^{\circ}\text{C}$ ,  $600^{\circ}\text{C}$ ) ver-

größern sich die  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen relativ schnell. Dies führt dann zur Erniedrigung der Aktivierungsenergie für den Rekristallisationsbeginn. Umgekehrt ist bei der niedrigen Auslagerungstemperatur ( $500^\circ\text{C}$ ) die Bildung von Reaktionsfronten entsprechend erschwert. So wurde z.B. in den 30 %-verformten bei  $500^\circ\text{C}$  ausgelagerten Proben keine wanderungsfähige Rekristallisationsfront beobachtet (Abb. 10 a1,2); in den 10 %-verformten Proben kann der Beginn der Rekristallisation sogar nur bei  $600^\circ\text{C}$  festgestellt werden.

Eine Erhöhung des Verformungsgrades führt, wie aus Gleichung 9 hervorgeht, zur Erniedrigung der Zeit  $t_0$  sowie der Aktivierungsenergie,  $Q$ . Daher nimmt die Zeit bis zum Rekristallisationsbeginn mit zunehmendem Verformungsgrad ab (Abb. 11b; Tabelle III). Nach starker Verformung (ab etwa 90 %) sind die plattenförmigen Teilchen von den Versetzungen jedoch so klein zerschnitten (Abb. 21 e1), daß das zur Bildung von Rekristallisationsfronten notwendige Subkornwachstum besonders erschwert wird. Der Rekristallisationsbeginn sollte in diesem Fall später eintreten als bei den mittelmäßig stark verformten Proben. Dies wird zum Abbiegen der Reaktionskurven in Abb. 11b führen. Daß das Subkornwachstum bei kleinen Teilchendispersionen langsamer vorstattengeht, zeigt ein Vergleich der entsprechenden Wachstumskurven für M300 und M550 in Abb. 8.

Eine wichtige Konsequenz des teilchenkontrollierten Subkornwachstums ist, daß die Ausheilung eines großen Teils der Gitterbaufehler schon im Bereich der Erholung stattfindet. Bei den untersuchten Temperaturen und Verformungsgraden war zu Beginn der diskontinuierlichen Rekristallisation bereits über 50 % der Defekte ausgeheilt. Die bei zunehmenden Verformungsgraden bzw. Auslagerungstemperaturen beobachtete Abnahme der Ausheilung im Bereich der Erholung hängt mit dem früheren Rekristallisationsbeginn zusammen (Abb. 16b, 17b; Tabelle IV,V). Ab etwa 90 %-Verformung tritt, wie bereits oben erwähnt, eine verstärkte Behinderung des Subkornwachstums bzw. der Versetzungsumordnung auf. Das führt zwar zu einer Verlängerung von  $t_{\text{RB}}$ , aber der im Bereich der Erholung ausheilbare Anteil der Defekte wird dennoch vermindert (Abb. 17b).

M550 : Die Teilchen der Dispersion M550 sind zwar nicht schneidbar, aber auch noch nicht groß genug, um die Bedingung für die Teilchenauslösung der Rekristallisation zu erfüllen. Im Gegenteil ist aufgrund der Teilchen dieser Größe in M550 eine Homogenisierung der Verformung möglich. Als Folge davon fehlen große Orientierungsunterschiede und benachbarte Subkörner neigen dazu, ihren Orientierungsunterschied sogar auszugleichen <sup>59)</sup>. Ferner werden die Teilchen durch Wechselwirkung mit den Versetzungen die Aktivierungsenergie für Rekristallisation (Gl.9) erhöhen, so daß insgesamt ein verzögerter Rekristallisationsbeginn zu erwarten ist.

Wie aus den elektronenmikroskopischen Aufnahmen in Abb. 22a-e hervorgeht, zeigt M550 den gleichen Mechanismus der Rekristallisationskeimbildung wie M300. Im Gegensatz zu M300 werden bei M550 jedoch die Subkorngröße und -verteilung durch die Teilchendispersion bestimmt. Die während der Auslagerung sich nur langsam vergrößernden Teilchen stabilisieren die Subkörner weitestgehend (Abb. 22c,d). Dadurch zeigt M550 trotz größerer Teilchendispersion einen späteren Rekristallisationsbeginn als M300 (Abb. 12a). Eine wichtige Konsequenz dieses Mechanismus sind die besonders feinen rekristallisierten Körner (Tabelle VI).

Erfolgt die Auslagerung auf einer Temperatur, die niedriger liegt als die Vorbehandlungstemperatur, z.B.  $500^{\circ}\text{C}$ , so fällt durch die Ausscheidung weiterer kleiner Karbidteilchen der Einfluß von  $Q_{\text{BV}}$  (Gl. 9) stärker ins Gewicht, und  $t_{\text{RB}}$  verschiebt sich zu längeren Zeiten. Umgekehrt führt eine  $600^{\circ}\text{C}$ -Auslagerung zu einer Beschleunigung, da wegen einer schnelleren Auflösung der kleineren Karbidteilchen die Versetzungsumordnung (Abb.10 c1) erleichtert und die Aktivierungsenergie verringert wird. Eine Erhöhung des Verformungsgrades führt auch hier zur Verkürzung der Zeit bis zum Rekristallisationsbeginn (Abb. 11c).

Der Anteil der Defektausheilung während der Erholung ist stark abhängig von der Auslagerungstemperatur. Aufgrund des besonders späten Rekristallisationsbeginns bei Temperaturen unterhalb der Vorbehandlungstemperatur ist 70 % bis 100 %-ige Ausheilung der Defekte durch kontinuierliche Rekristallisation (Erholung)

möglich. Bei  $600^{\circ}\text{C}$ -Auslagerung erfolgt dagegen über 70 % der Ausheilung während der diskontinuierlichen Rekristallisation (Abb. 16c, 17c; Tabelle V).

M650 : Durch die lange Vorbehandlung bei  $650^{\circ}\text{C}$  sind die  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen stark eingeformt. Nach starker Verformung bleibt die Grenzfläche dieser harten Teilchen unverändert.

Die Teilchen sind groß genug, um bei Verformungsgraden von etwa 50 % und mehr die Rekristallisation auslösen zu können. Abb. 23c zeigt die Auslösung der Rekristallisation durch kleine Teilchen ( $r_T = 0,5 \mu\text{m}$ ). Beim gleichen Verformungsgrad ( $\epsilon = 50 \% \hat{=} N \approx 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ ) entstehen an den groben Einschlüssen ( $r_T = 10 \mu\text{m}$ ) mehrere Rekristallisationsfronten (Abb. 23b).

Wegen des beschleunigenden Einflusses der Teilchen auf den Rekristallisationsbeginn erfolgt die Rekristallisation im gesamten untersuchten Bereich ausschließlich diskontinuierlich und relativ schnell. Die hohe Keimbildungsgeschwindigkeit führt zu einem feinkörnigen Rekristallisationsgefüge (Tabelle VI).

Nach der langen Vorbehandlung weist M650 sehr große Körner auf. Da bei kleinen Verformungsgraden die Rekristallisation fast ausschließlich an den alten Korngrenzen beginnt (Abb. 23 e1,2), können wegen der Grobkörnigkeit des Ausgangsgefüges nur eine relativ kleine Anzahl von Keimen auftreten, worauf die sehr groben Korngrößen  $\bar{D}$  nach 30 %-Verformung zurückzuführen sind (Abb. 19, Tabelle VI).

Da die Auslagerung stets bei Temperaturen unterhalb der Vorbehandlungstemperatur erfolgt, sollte mit der Ausscheidung weiterer, kleiner  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen zu rechnen sein. Die Rekristallisationskeimbildung tritt jedoch in dieser Dispersion so schnell auf, daß diese Teilchenausscheidung noch keinen Einfluß nehmen kann.

P : Da das mit P bezeichnete Gefüge aus einem Gemisch nahezu kohlenstofffreiem Ferrit und einzelnen Perlitinseln besteht, kann man letztere als besonders grobe "Teilchen" ansehen, die vereinzelt in kohlenstofffreier Ferritmatrix liegen. Es leuchtet dann ein, weshalb die Rekristallisation an der Ferrit-Perli-

Phasengrenzen ausgelöst wird (Abb. 23a). Der Rekristallisationsmechanismus bei P ist also im wesentlichen dem in M650 ähnlich, jedoch tritt der Rekristallisationsbeginn etwas früher als bei M650 auf (Abb. 12a,b). Die mittlere Korngröße am Ende der Rekristallisation liegt im allgemeinen niedriger als bei M650 (Abb. 19).

#### 4.2 Ablauf der Rekristallisation

In diesem Abschnitt soll davon ausgegangen werden, daß die Rekristallisation begonnen hat, d.h. es haben sich Reaktionsfronten gebildet, die jetzt bestrebt sind, in das verformte bzw. erholte Gefüge hineinzuwandern. Ob und in welchem Maße das möglich ist, hängt von der Bilanz der an der jeweiligen angreifenden treibenden ( $P^+$ ) und rücktreibenden ( $P^-$ ) Kräften ab.

In diese Bilanz gehen die folgenden drei Kräfte ein:

$P_V$  : durch Abbau hoher Versetzungsdichten (Gl. 4a, S.5)

$P_C$  : chemische Kraft durch Abbau von Übersättigung ( im Falle des gleichzeitigen Auftretens von Ausscheidung und Rekristallisation), Gl. 4b, S.5.

$P_T$  : Zener-Kraft <sup>14)</sup> \_ rücktreibende Kraft durch die schon vor dem Rekristallisationsbeginn vorhandenen Teilchen \_ , Gl. 1, S.3.

Diese Kräfte hängen von der Temperatur, der Zeit und dem Verformungsgrad ab.

Unter Berücksichtigung dieser Faktoren läßt sich der Rekristallisationsablauf in den verschiedenen Dispersionen wie folgt deuten:

#### Einfluß des Verformungsgrades.

Abb. 25b zeigt eine schematische Darstellung der zu Beginn der Rekristallisation wirkenden Kräfte in der Dispersion M in Abhängigkeit vom Verformungsgrad. Für  $\epsilon = 0\%$  ist aufgrund der hohen Verspannung des Martensits eine Rekristallisation des Mischkristalls möglich. In Fe-0,03 %C ist diese auch beobachtet worden <sup>60)</sup>. In der in dieser Arbeit verwendeten Legierung ist dies jedoch aufgrund des erheblich höheren Kohlenstoffgehalts nicht möglich, da die Segregation von Kohlenstoff-Atomen die

Rekristallisation zu stark verzögert.

Eine Erhöhung des Verformungsgrades bewirkt eine Zunahme von  $P_v$  und im allgemeinen durch Zerschneiden der Teilchen auch von  $P_c$ , so daß die Rekristallisation schnell vollständig ablaufen kann (Abb. 13a; Tabelle III). Aber auch die Zener-Kraft,  $P_T$ , wird mit zunehmendem Verformungsgrad größer: einmal wird der Teilchenradius (z.B. in der Dispersion M300) durch Abscheren verkleinert, zum andern wird durch die höhere Versetzungsdichte (Fall M) die Ausscheidung kleiner  $Fe_3C$ -Teilchen vor der Reaktionsfront begünstigt.

Oberhalb einer bestimmten kritischen Verformung,  $\epsilon^*$ , erreicht die rücktreibende Kraft  $P_T^-$  dann etwa die Summe aus  $P_v^+$  und  $P_c^+$  (Abb. 25b), so daß die Rekristallisation trotz höherer Verformung wieder einen längeren Zeitraum benötigt. Wie man den Werten in Tabelle III entnehmen kann, tritt dies in den Dispersionen M und M300 oberhalb von etwa 70 % Verformung auf.

Ein weiterer Grund für die Verlangsamung des Rekristallisationsablaufs liegt darin, daß (im Falle M) die Übersättigung vor der Front durch beschleunigte Ausscheidung von  $Fe_3C$ -Teilchen <sup>61)</sup> und damit die treibende Kraft  $P_c^+$  bereits erniedrigt worden ist.

Eine 95,5 % verformte Probe der Dispersion M300 rekristallisiert bei 500°C gar nicht mehr. Andererseits geht aus Tabelle III hervor, daß in der Dispersion M300 bei einer Auslagerung auf 500°C eine vollständige diskontinuierliche Rekristallisation nur dann zu erwarten ist, wenn der Verformungsgrad ( $\epsilon$ ) zwischen 30 % und 90 % liegt. Nur in diesem Bereich der Verformung gilt:  $P_v^+ > P_T^-$  (Abb. 11c,d). Bei niedrigeren Verformungsgraden ist aufgrund der feinen Teilchendispersion der Einfluß der rücktreibenden Kraft  $P_T^-$  so stark, daß eine Bewegung der schon gebildeten Reaktionsfronten nicht möglich ist, wie entsprechende elektronenmikroskopische Aufnahmen zeigen (Abb. 21b,c).

Bis zum Verformungsgrad  $\epsilon_{M550}^*$  (Abb. 25c), der mit steigender Temperatur abnimmt, gilt für M550 die Bedingung:  $P_T^- > P_v^+$ , so daß die Ausheilung der Defekte nur über Erholungsvorgänge erfolgt.

Mit  $\epsilon > \epsilon_{M550}^*$  vergrößert sich zwar auch  $P_T^-$  noch etwas wegen Reckalterungserscheinungen, gleichzeitig führt die erhöhte Versetzungsdichte jedoch zu einer größeren treibenden Kraft  $P_v^+$ .

Im allgemeinen ist es in dieser Dispersion jedoch so, daß aufgrund des Phänomens der Verformungshomogenisierung <sup>62,63)</sup> eine größere Verformung nicht zu einer gleich großen Erhöhung von  $P_v^+$

führt, wie etwa in M650. Daher ist M550 von allen Dispersionen am rekristallisationsträgsten (Abb. 12a,b; 13a).

Im Gegensatz zu M550 läuft die Rekristallisation bei M650 und P mit steigendem Verformungsgrad schneller ab. Mit zunehmendem Verformungsgrad ist zwar umso eher mit Segregation von Kohlenstoff-Atomen an Versetzungen zu rechnen und damit mit dem Auftreten einer zusätzlichen rücktreibenden Kraft, aber eine Erhöhung von  $\epsilon$  bewirkt auch, daß mehr Rekristallisationskeime an den Teilchengrenzflächen gebildet werden (Abb. 23g). Dies führt zu einem so schnellen Ablauf der Rekristallisation, daß der Einfluß aller rücktreibenden Kräfte relativ unbedeutend bleibt.

#### Einfluß der Auslagerungstemperatur.

Die Geschwindigkeit der Rekristallisationsfront hängt von deren Beweglichkeit und der treibenden Kräften ab <sup>1)</sup>. Geht man davon aus, daß die Beweglichkeit einer Reaktionsfront bestimmt wird durch die Häufigkeit der Sprünge von Atomen über dieselbe, so läßt sich die Beweglichkeit proportional dem Koeffizienten für Selbstdiffusion in einer Korngrenze beschreiben. Damit wird der schnellere Rekristallisationsablauf bei Temperaturerhöhung verständlich.

Allerdings hängen auch die auf die Reaktionsfront wirkenden Kräfte von der Temperatur ab. Im allgemeinen nehmen die treibenden Kräfte mit zunehmender Temperatur ab: einmal vermindert sich die Kraft  $P_V^+$  durch schnellere Versetzungsumordnung vor der Front, zum anderen nimmt (Fall M) die Übersättigung und damit die Kraft  $P_C^+$  sowohl durch Vergrößerung der Löslichkeit als auch durch schnellere Ausscheidung mit steigender Temperatur ab. Andererseits vergrößern sich aber mit steigender Temperatur auch die Teilchen schnell, wodurch eine Verminderung der Zener-Kraft  $P_T^-$  eintritt. Im Falle des übersättigten Mischkristalls (M) wird die Kräftebilanz also bei jeder Temperatur durch Veränderung des Ausscheidungszustandes zusätzlich von der Zeit abhängen (Abb. 25a): aufgrund der Segregation und der ausscheidenden  $Fe_2C$ -Teilchen nimmt  $P_T^-$  zuerst zu und später durch Vergrößerung der Teilchen wieder ab; eine Überkompensierung von  $P_T^-$  ist jedoch zu jeder Zeit durch  $P_C^+$  und  $P_V^+$  gegeben, so daß bei hohen Temperaturen die folgende Bedingung für eine diskontinuierliche Rekristallisation erfüllt bleibt:  $P_V^+ + P_C^+ \geq P_T^-$ .

Bei niedrigen Auslagerungstemperaturen ( $500^{\circ}\text{C}$ ,  $550^{\circ}\text{C}$ ) dagegen \_ größerer Anteil kleinerer  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen, d.h. eine größere rücktreibende Kraft \_ und vor allem bei kleinen Verformungsgraden überwiegt der Einfluß von  $P_T^-$ :  $P_T^- \geq P_V^+ + P_C^+$ . Es findet entweder nur Erholung statt (kontinuierliche Rekristallisation) oder die Rekristallisation kann zwar beginnen, läuft aber nicht bis zum Ende ab. Dies wird in den Reaktionsdiagrammen durch ein Ausbiegen (gestrichelt gezeichnet) der Kurven für das Ende der Rekristallisation  $t_{RE}$  zu erheblich längeren Zeiten gekennzeichnet (Abb.10 a1, 10 a2).

Generell nimmt bei vergleichbaren Versuchsbedingungen die Zeit, die für den Rekristallisationsablauf benötigt wird, in der folgenden Reihenfolge zu : P, M650, M, M300, M550.

#### 4.3 Korrelation mit mechanischen Eigenschaften

Aufgrund der im Abschnitt 3.2 besprochenen Reaktionstypen wurden 5 Gefügetypen (O, I, II, III, IV) ausgewählt, die in Abb. 5 dargestellt sind. Diese Gefüge sind durch ihren unterschiedlichen Gehalt an Gitterbaufehlern gekennzeichnet. Da Art und Dichte der Gitterbaufehler die Festigkeit beeinflussen <sup>64)</sup>, ist zu erwarten, daß diese 5 Gefügearten unterschiedliche mechanische Eigenschaften aufweisen.

Härte (HV): Die besonders hohen Härtewerte zu Beginn der Rekristallisationsglühung (Gefügetyp O) sind auf die Kombination von Mischkristallhärtung (z.B. Fall M), Kaltverfestigung und Dispersionshärtung (M300, M550, M650) zurückzuführen (Abb. 15a,b,f). Im allgemeinen ist aufgrund von Segregation mit einer Härteerhöhung im Gefüge I zu rechnen. Im Bereich II finden Erholung und Vergrößerung der Teilchen statt, was mit einer Verminderung der Härte verbunden ist. Die weitere Verminderung der Härte in den Bereichen III und IV ist auf diskontinuierliche Rekristallisation und Vergrößerung des Gefüges zurückzuführen.

Streckgrenze ( $\sigma_s$ ): Faßt man die Streckgrenze  $\sigma_s$  als die Kraft auf, die zur Bewegung von Versetzungen benötigt wird, so setzt sich die Streckgrenze aus folgenden Komponenten zusammen <sup>64)</sup>:

$$\sigma_s = \sigma_0 + \Delta\sigma_M + \Delta\sigma_V + \Delta\sigma_{kg} + \Delta\sigma_r \quad (12)$$

dabei bedeuten die einzelnen Glieder:

$\sigma_0$  : Reibspannung für reine Metalle;

$\Delta\sigma_M$  : Mischkristallhärtung;  $\propto$  Gleichgewichtskonzentration,  $C_0$ , S. 6

$\Delta\sigma_V$  : Verfestigung durch Versetzungen;  $\propto$  Wurzel aus der Versetzungsdichte <sup>64)</sup>.

$\Delta\sigma_{kg}$  : Feinkornhärtung;  $\propto$  Kehrwert der Wurzel aus Korndurchmesser <sup>65)</sup>.

$\Delta \sigma$  : Dispersionshärtung;  $\infty$  Kehrwert des Teilchenabstandes bzw. Teilchenradius (im Fall von inkohärenten Teilchen).

Die Anzahl der Gitterbaufehler (segregierte C-Atome, Versetzungen, Korngrenzen, Teilchen) nimmt in folgender Reihenfolge der Gefügetypen ab: I, O, II, III, IV. Entsprechend nimmt die Streckgrenze dieser Gefügetypen in gleicher Reihenfolge ab (Tabelle VI). Durch Vergleich der Komponenten in Gleichung 12 mit den die Härte beeinflussenden Parametern findet man also bei beiden einen analogen Einfluß der Gitterdefekte. Hierauf ist der ähnliche Verlauf der Härte- und Streckgrenze-Kurven in Abb.24a zurückzuführen.

Die Gefügetypen O, I und II sowie teilrekristallisiertes Gefüge (bis ca. 50%) der Dispersion M300 weisen eine höhere Versetzungsdichte auf als die entsprechenden Gefüge in M650. Dies führt dazu, daß in M300 die Streckgrenzen dieser Gefügetypen höher liegen als die der vergleichbaren Gefüge in M650 (Abb.24c, Nr. 3,2,4,5; 7,8,9; Abb.24e). Umgekehrt weist das rekristallisierte Gefüge der Dispersion M650 eine größere Streckgrenze als das entsprechende Gefüge in M300 auf. Dies ist auf die kleinere mittlere Korngröße in M650 (Tabelle VII) zurückzuführen.

Verfestigung: Den Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve ( $\sigma - \delta$ ) kann man im allgemeinen durch eine Beziehung der Art<sup>66)</sup>:

$$\sigma = A\delta^n \quad (13)$$

beschreiben; A = Festigkeitskoeffizient, n = Verfestigungskoeffizient. Man bezeichnet den Anstieg  $d\sigma/d\delta$  dieser Kurve als die Verfestigung.

Der Anstieg der Kurve nach Überschreiten der Streckgrenze ist in erster Linie auf Versetzungsreaktionen, z.B. sog. Lomer-Cottrell-Versetzungen<sup>67)</sup> zurückzuführen. Teilchen bilden zusätzliche Hindernisse für die Versetzungsbewegung und können daher den Verfestigungsprozeß begünstigen. Im Bereich hoher

Dehnung hängt das Verfestigungsverhalten stark von Größe und Volumenanteil der Teilchen<sup>68)</sup> ab.

Hält man den Volumenanteil der Teilchen konstant, und berücksichtigt man die Beziehung in Gl. 13 sowie die Abhängigkeit der Dispersionshärtung (Gl. 12) vom Teilchenabstand bzw. Teilchenradius ( $r_T$ ), so kommt man zu folgender Beziehung:

$$\delta \propto n \propto \frac{1}{r_T} \quad (14)$$

Diese Aussage hat folgende Bedeutung für die Dispersionen M300 und M650. In den Reaktionsbereichen 0, I, II können aufgrund der durch die Vorbehandlung erzeugten höheren Versetzungsdichte in M300 Versetzungsreaktionen bzw. Mehrfachgleitung leichter einsetzen. Dies bewirkt die niedrigeren Gleichmaß( $\delta_g$ )- und Bruchdehnungen ( $\delta_{pl}$ ), Tabelle VI. In M650 dagegen müssen die verhältnismäßig wenigen Versetzungen einen längeren Weg zurücklegen, ehe sie auf ein Hindernis stoßen, was zu den höheren Gleichmaß- und Bruchdehnungen führt.

In den Bereichen III und IV zeigen Gefüge der Dispersion M300 wegen der kleineren Teilchengröße (Gl. 14) höhere Dehnungen  $\delta_g$ ,  $\delta_{pl}$  (Tabelle IV; Abb.24e). Entsprechende Gefüge der Dispersion M550 weisen aufgrund des Phänomens der Verformungshomogenisierung eine noch höhere Dehnung als M650 und M300 auf. Wie aus Abb.24c hervorgeht, nimmt die Verfestigung bei jeder Dispersion in folgender Reihenfolge der Gefügetypen ab : 0, I, II, III, IV.

#### Bruchverhalten der verschiedenen Gefügetypen:

Gefügetyp 0, I: Aufgrund der vorhergegangenen plastischen Kaltverformung bzw. Segregation von C-Atomen zeigen diese Gefügetypen ein schlechtes Fließverhalten. Im allgemeinen werden sie durch hohe Streckgrenze und Sprödigkeit gekennzeichnet.

Gefügetyp II, III : Die Spannungs-Dehnungs-Kurve dieser Gefügetypen ist dadurch gekennzeichnet, daß nach Erreichen der Streckgrenze die Spannung im allgemeinen auf einem Wert abfällt, der im Verlauf der weiteren Verformung etwa konstant bleibt (Abb.24c, Nr. 4,5). Folglich liegen ihre Streckgrenzen

$\sigma_s$  höher als die Bruchfestigkeit  $\sigma_b$  .

Diese Gefügearten besitzen, wie Abb.24d verdeutlicht, weder eine hohe Zähigkeit (wie z.B. Nr. 6, 10, 11, 12 in Abb.24d) noch weisen sie eine besonders hohe Streckgrenze auf. In Abb.24f gehören sie zur Gruppe D, deren  $\sigma_s/\sigma_b$ -Wert sich 1,0 nähert. Die Gefügetypen II und III sind deshalb als "instabil" anzusehen und müssen daher bei Konstruktion von Bauteilen mit großen Sicherheitsfaktoren versehen werden.

Umgekehrt sind die rekristallisierten Gefüge (Typ IV) am duktilsten (Nr. 6, und 10 in Abb.24d) und können aufgrund ihrer hohen "Zuverlässigkeit" (Gruppe C in Abb.24f) wesentlich gefahrloser für konstruktive Zwecke verwendet werden.

## 5.0 Zusammenfassung

An einem untereutektoiden Kohlenstoffstahl wurde das Verhalten beim Weichglühen (bzw. Rekristallisationsverhalten) eines mehrphasigen, metallischen Werkstoffes unter besonderer Berücksichtigung der Teilchendisersion untersucht. Hierzu wurden in einer Vorbehandlung folgende 5 Ausgangsgefüge (bzw. Dispersionen) unterschiedlicher Teilchendisersion hergestellt :

- a) homogener Mischkristall (Martensit) M, der im Verlauf der Rekristallisationsglühung (bzw. Nachbehandlung) sich entmischen kann.
- b) feinste Teilchendisersion M300 (Teilchendurchmesser ca. 20 nm), die bei der Vorbehandlungstemperatur 300°C hergestellt wurde. Änderung der Form und Größe dieser Teilchen ist während der Rekristallisationsglühung möglich.
- c) mittlere Teilchendisersion M550 (Teilchendurchmesser ca. 130 nm), die sich während der Nachbehandlung nicht in der Form und nur wenig im Durchmesser verändert.
- d) größte Teilchendisersion M650 (Teilchendurchmesser ca. 2700 nm), die während der Rekristallisationsbehandlung fast unverändert bleibt..
- e) Ferrit-Perlit-Gefüge P, wobei der Perlitbereich als eine ungleichmäßige Teilchendisersion angesehen werden kann. Die Miteinbeziehung des perlitischen Gefüges in das Programm erschien zweckmäßig, um das ganze Spektrum der in der Praxis vorkommenden Gefüge zu berücksichtigen.

Der Untersuchung wurden folgende Verformungsgrade (Dickenabnahme,  $\epsilon$ ) und Auslagerungstemperaturen (T) zugrundegelegt:

$\epsilon$  (%): 0, 10, 30, 50, 70, 80, 90, 95,5.

T (°C): 500, 550, 600.

Der Ablauf der Rekristallisation wurde durch Härtemessung verfolgt. Die isothermen Härtekurven ließen sich mit zunehmender Auslagerungsdauer nach folgendem einheitlichem Schema beschreiben und in 5 aufeinanderfolgende Bereiche einteilen:

Bereich 0 : verformtes Ausgangsgefüge,

Bereich I : Segregation an Versetzungen,

Bereich II : kombiniertes Subkorn- und Teilchenwachstum  
bzw. Ausscheidung,

Bereich III : diskontinuierliche Rekristallisation,

Bereich IV : kombiniertes Korn- und Teilchenwachstum nach  
beendeter Rekristallisation.

Die entsprechenden Gefüge wurden licht- bzw. elektronenmikroskopisch untersucht.

Generell werden bei vergleichbaren Versuchsbedingungen der Beginn und Ablauf der Rekristallisation in dieser Reihenfolge der Ausgangsgefüge verzögert :

P, M650, M, M300, M550.

Rekristallisation lief bei P, M650 und M ausschließlich diskontinuierlich ab. Die Perlit-Ferrit- sowie die inkohärenten Teilchengrenzflächen in M650 zeigten sich als bevorzugte Rekristallisationskeimstellen.

Aufgrund der großen Pinnkraft der Teilchen bei M300 und M550 setzte die diskontinuierliche Rekristallisation erst nach vorangehender kontinuierlichen Reaktion (in situ Rekristallisation bzw. Erholung) ein.

Nach sehr hoher Verformung wurde durch das Abscheren der Teilchen bei M300 die diskontinuierliche Rekristallisation bei  $600^{\circ}\text{C}$  und  $550^{\circ}\text{C}$  verzögert und bei  $500^{\circ}\text{C}$  sogar ganz unterdrückt. M550 rekristallisierte wegen der durch die nicht-schneidbaren Teilchen verursachten Homogenisierung der Verformung am trägesten.

In einem ergänzenden Teil der Arbeit wurden Zugversuche durchgeführt, mit dem Ziel, die in den Ausheilstadien

I - IV auftretenden mechanischen Eigenschaften zu ermitteln.

## Literatur

1. E. Hornbogen, Metall 8 (1973)780-787
2. E. Houdremont. Handbuch der Sonderstahlkunde 1, Springer-Verlag, Berlin 1956
3. N.J. Grant, The Strengthening of Metals, D. Peckner, ed. Reinhold Publ. Co., New York 1964, p. 188
4. B.A. Wilcox, A.H. Clauer, Met. Sci. J. 3 (1969)26
5. H.J. Mc Queen, J.J. Jonas, in: Plastic Deformation of Metals, R.J. Arsenould, ed., Academic Press N. York
6. E. Weisner, E. Hornbogen, Scripta Met. 3(1969)243
7. E.Hornbogen, H. Kreye, Rekristallisation mehrphasiger Werkstoffe, Institut für Werkstoffe, Ruhr-Universität Bochum, 1975
8. R.A. Vandermeer, P. Gordon, in: Recovery and Recrystallization of Metals, Interscience, N.York, 1963, p.211
9. K.T. Aust, J.W. Rutter, Trans AIME 215(1959)820
10. K. Detert, G. Dressler, Acta Met. 13(1965)845
11. W.A. Johnson, R.F. Mehl, Trans AIME 135(1939)416
12. F. Göler, G. Sachs, Z. Phys. 77(1932)281-286
13. K. Lücke, Z. Metallkd. 41(1950)114
14. C. Zener, in: C.S. Smith, Trans. AIME 175(1948)15
15. M.F. Ashby, J. Lewis, Harvard Univ. Techn. Rep. 547, 1967
16. M. Pinnow, E. Hornbogen, Sonderbände der Praktischen Metallographie, 4(1975)205-215
17. G. Venturello, et al., Trans TMS AIME 227(1963)1433
18. F.J Humphreys, J.W. Martin, Phil Mag. 17(1968)365
19. G.Van Drunen, S. Saimoto, Acta Met. 19(1971)213
20. W. Dahl, J. Geißler, Z. Metallkde. 51(1960)421
21. E. Hornbogen, H.P. Jung, Z. Metallkde. 55(1964)691
22. K. Lücke, K. Detert, Acta Met. 5(1957)628
23. K. Mäder, E. Hornbogen, Scripta Met. 8(1974)979
24. E. Hornbogen, Acta Met. 10(1962)525
25. H.A. Wriedt, L.S. Darken, Trans AIME 218(1960)30
26. H. Kreye, E. Hornbogen, F. Haeßner, Arch.Eisen.hütt. 41(1970)439
27. N.P. Allen, C.C. Earley, J.Iron Steel Inst., 166(1950)281
28. E. Hornbogen, E.Minuth, E.Blank, Arch. Eisenhütt.41(1970)883

29. E. Hornbogen, E. Minuth, Arch Eisenhütt., 44(1973)621
30. E. Minuth, E. Hornbogen, Metallographie, 2(1972)57
31. W.C. Leslie et al., Trans ASM 58(1965)672
32. H. Schumann, Metallographie, Leipzig 1967, S.296
33. C. Brock, Studienarbeit, Ruhr-Univ. Bochum, 1974
34. G.R. Speich, W.C. Leslie, Met. Trans. 3(1972)1043
35. B.S Lement, et al., Trans ASM 46(1954)851
36. B.L. Averbach, M. Cohen, Trans ASM 41(1949)1024
37. D.T. Gawne, G.T. Higgins, in 51), S.319
38. A. Galibois, A. Dube, Canadian Met. Quart. 3(1964)321
39. C. Dasarathy, in 51), S.330
40. F.E. Werner, et al. Trans ASM 49(1957)823
41. A. Schrader, Ätzheft, Berlin-Nikolassee 1957, S.14
42. M. Beckert, H. Klemm, Handbuch der metallographischen Ätzverfahren, VEB Leipzig 1966
43. L. Reimer, Elektronenmikroskopische Untersuchungs- und Präparationsmethoden, Berlin 1967, S.344
44. Electron Microscopy and Strength of Crystals, G.Thomas, ed. 1963, Interscience, N.York
45. J.D. Embury, et al., Trans TMS-AIME 236(1966)1252
46. G.R. Speich, P.R. Swan, J. Iron, Steel Inst. 206(1965)480
47. C.Wagner, Z. Electrochem. 95(1961)581
48. E.Hornbogen, M.Roth, Z. Metallkde. 58(1967)842
49. A.J.Ardell, R.Nicholson, Acta Met. 14(1966)1295
50. R.Glocker, Materialprüfung mit Röntgenstrahlen, Springer, Berlin 1971
51. E.Hornbogen, H.Kreye, in: Texturen in Forschung und Praxis, J.Grewen, G.Wassermann, ed. Springer Berlin 1969, S.274
52. E.Macherauch, Praktikum in Werkstoffkunde, Vieweg, Braunschweig 1970, S.163
53. M.Kehoe, P.M.Kelly, Scripta Met. 4(1970)473
54. H.Kreye, Dissertation, Univ. Stuttgart 1968
55. J.E.Bailey, P.B.Hirsch, Phil Mag. 5(1960)485
56. G.Blümel, Arch. Eisenhütt. Mai 1973, S.375
57. J.L.Brimmhall, et al., Acta Met. 14(1966)459-466
58. J.C.M.li, in 51), S.45
59. A.Kelly, R.B.Nicholson, Strengthening Methods in Crystals, Applied Science Publishers Ltd., London 1971

- 60. A.Galibois, A.Dube', Canadian Met. Quart. 6(1967)121
- 61. siehe 2), S.240
- 62. siehe 59), S.188
- 63. E.Hornbogen, K.H.Zur-Gahr, Metallography 8(1975)181-202
- 64. E.Hornbogen, Hochfeste Werkstoffe, Stahleisen, Düsseldorf 1974
- 65. G.Staniek, Dissertation, Ruhr-Univ. Bochum, 1973
- 66. W.J.Tegart, Elements of Mechanical Metallurgy, Macmillan Company, 1966, p.17
- 67. H.Böhm, Hochschultaschenbücher 196a, 1968, S.59-74
- 68. M.F.Ashby, Proc. Second Bolton Landing Conf. on Oxide Dispersion Strengthening, 1968, G.S.Ansell, Gordon, Breach, ed.

TABELLE I: ZUSAMMENSETZUNG VON C 22 [GEW.-%]

| C    | Si   | Mn   | P     | S     | Cu   | Cr   | Ni   | Mo   | Al   | Fe   |
|------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|------|------|
| 0,23 | 0,37 | 0,53 | 0,014 | 0,026 | 0,10 | 0,07 | 0,04 | 0,02 | 0,01 | Rest |

Tabelle II: Kennwerte der Ausgangsgefüge (Vorbehandlung)

| Wärme-<br>behand. | Teilchen-<br>durchmesser<br>$d_T$ [ $10^{-2}$ nm] | Teilchen-<br>abstand<br>$\Delta_T$ [ $10^{-2}$ nm] | Vol-Anteil<br>$f_T$ [%] | Bemerkung                       |
|-------------------|---------------------------------------------------|----------------------------------------------------|-------------------------|---------------------------------|
| M                 | $\approx 0,002$<br>(Atomdurchm.)                  | —                                                  | —                       | hom. Mischkrist. = Martensit    |
| M 300             | $\approx 2,3$ lang<br>$\approx 0,2$ breit         | $\approx 0,28$                                     | 0,034                   | Fe <sub>3</sub> C Plattenförmig |
| M 550             | $\approx 1,3$                                     | $\approx 1,8$                                      | 0,033                   | Fe <sub>3</sub> C rund          |
| M 850             | $\approx 27$                                      | $\approx 38$                                       | 0,032                   | Fe <sub>3</sub> C rund          |
| P                 | —                                                 | $\approx 6,3$<br>(Lam-abst.)                       | 0,3                     | Perlit lamellar                 |

Anmerkung:

mittlerer Teilchenabstand ( $\Delta_T$ ) = Abstand von  
Teilchenmitte zu Teilchenmitte.

Für die angenommene regellose Anordnung der  
runden Teilchen errechnet sich <sup>63)</sup>:

$$\Delta_T = 0,554 \frac{d_T}{2} \left( \frac{4\pi}{3f_T} \right)^{1/3}$$

Tabelle III

Rekristallisationszeiten

| Verf. grad<br>e, % | Rekristallisationstemperatur (°C) |       |     |
|--------------------|-----------------------------------|-------|-----|
|                    | 500                               | 550   | 600 |
| 0                  | ---                               | ---   | --- |
| 10                 | ---                               | ---   | --- |
| 20                 | 14 h                              | ---   | --- |
| 30                 | 2,5 h                             | 150 h | --- |
| 40                 | 45 min                            | 50 h  | --- |
| 50                 | ---                               | ---   | --- |
| 60                 | 20 min                            | 100 h | --- |
| 70                 | ---                               | ---   | --- |
| 80                 | ---                               | ---   | --- |
| 90                 | ---                               | ---   | --- |
| 100                | ---                               | ---   | --- |
| 110                | ---                               | ---   | --- |
| 120                | ---                               | ---   | --- |
| 130                | ---                               | ---   | --- |
| 140                | ---                               | ---   | --- |
| 150                | ---                               | ---   | --- |
| 160                | ---                               | ---   | --- |
| 170                | ---                               | ---   | --- |
| 180                | ---                               | ---   | --- |
| 190                | ---                               | ---   | --- |
| 200                | ---                               | ---   | --- |
| 210                | ---                               | ---   | --- |
| 220                | ---                               | ---   | --- |
| 230                | ---                               | ---   | --- |
| 240                | ---                               | ---   | --- |
| 250                | ---                               | ---   | --- |
| 260                | ---                               | ---   | --- |
| 270                | ---                               | ---   | --- |
| 280                | ---                               | ---   | --- |
| 290                | ---                               | ---   | --- |
| 300                | ---                               | ---   | --- |
| 310                | ---                               | ---   | --- |
| 320                | ---                               | ---   | --- |
| 330                | ---                               | ---   | --- |
| 340                | ---                               | ---   | --- |
| 350                | ---                               | ---   | --- |
| 360                | ---                               | ---   | --- |
| 370                | ---                               | ---   | --- |
| 380                | ---                               | ---   | --- |
| 390                | ---                               | ---   | --- |
| 400                | ---                               | ---   | --- |
| 410                | ---                               | ---   | --- |
| 420                | ---                               | ---   | --- |
| 430                | ---                               | ---   | --- |
| 440                | ---                               | ---   | --- |
| 450                | ---                               | ---   | --- |
| 460                | ---                               | ---   | --- |
| 470                | ---                               | ---   | --- |
| 480                | ---                               | ---   | --- |
| 490                | ---                               | ---   | --- |
| 500                | ---                               | ---   | --- |
| 510                | ---                               | ---   | --- |
| 520                | ---                               | ---   | --- |
| 530                | ---                               | ---   | --- |
| 540                | ---                               | ---   | --- |
| 550                | ---                               | ---   | --- |
| 560                | ---                               | ---   | --- |
| 570                | ---                               | ---   | --- |
| 580                | ---                               | ---   | --- |
| 590                | ---                               | ---   | --- |
| 600                | ---                               | ---   | --- |
| 610                | ---                               | ---   | --- |
| 620                | ---                               | ---   | --- |
| 630                | ---                               | ---   | --- |
| 640                | ---                               | ---   | --- |
| 650                | ---                               | ---   | --- |
| 660                | ---                               | ---   | --- |
| 670                | ---                               | ---   | --- |
| 680                | ---                               | ---   | --- |
| 690                | ---                               | ---   | --- |
| 700                | ---                               | ---   | --- |
| 710                | ---                               | ---   | --- |
| 720                | ---                               | ---   | --- |
| 730                | ---                               | ---   | --- |
| 740                | ---                               | ---   | --- |
| 750                | ---                               | ---   | --- |
| 760                | ---                               | ---   | --- |
| 770                | ---                               | ---   | --- |
| 780                | ---                               | ---   | --- |
| 790                | ---                               | ---   | --- |
| 800                | ---                               | ---   | --- |
| 810                | ---                               | ---   | --- |
| 820                | ---                               | ---   | --- |
| 830                | ---                               | ---   | --- |
| 840                | ---                               | ---   | --- |
| 850                | ---                               | ---   | --- |
| 860                | ---                               | ---   | --- |
| 870                | ---                               | ---   | --- |
| 880                | ---                               | ---   | --- |
| 890                | ---                               | ---   | --- |
| 900                | ---                               | ---   | --- |
| 910                | ---                               | ---   | --- |
| 920                | ---                               | ---   | --- |
| 930                | ---                               | ---   | --- |
| 940                | ---                               | ---   | --- |
| 950                | ---                               | ---   | --- |
| 960                | ---                               | ---   | --- |
| 970                | ---                               | ---   | --- |
| 980                | ---                               | ---   | --- |
| 990                | ---                               | ---   | --- |
| 1000               | ---                               | ---   | --- |

$t_{20}$  = Zeit bis zum Rekristallisationsbeginn  
 $t_{81}$  = Zeit bis zum Ende der Rekristallisation

Tabelle IV Gesamte Aushellung durch Erholung ( $E^B$ ) und Rekristallisation ( $R^B$ ) in Abhängigkeit vom Verformungsgrad ( $\epsilon$ ).

Nachbehandlungstemperatur:  $T = 500^\circ\text{C} = \text{konst.}$

|       | $\epsilon$<br>[%] | $E^B = \Delta H_U / \Delta H_A$ | $R^B = \Delta H_R / \Delta H_A$ |
|-------|-------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| M     | 0                 | 1,0                             | ---                             |
|       | 30                | 0,58                            | 0,42                            |
|       | 50                | 0,65                            | 0,37                            |
|       | 90                | 0,59                            | 0,41                            |
| M 300 | 0                 | 1,0                             | ---                             |
|       | 30                | 1,0                             | ---                             |
|       | 50                | 0,56                            | 0,44                            |
|       | 90                | 0,52                            | 0,48                            |
| M 550 | 0                 | 1,0                             | ---                             |
|       | 30                | 1,0                             | ---                             |
|       | 50                | 0,74                            | 0,26                            |
|       | 90                | 0,55                            | 0,45                            |
| M 650 | 0                 | 1,0                             | ---                             |
|       | 30                | 0,84                            | 0,16                            |
|       | 50                | 0,36                            | 0,64                            |
|       | 90                | 0,42                            | 0,58                            |
| P     | 0                 | 1,0                             | ---                             |
|       | 30                | 0,35                            | 0,65                            |
|       | 50                | 0,34                            | 0,66                            |
|       | 90                | 0,48                            | 0,52                            |

$\Delta H_U$ ,  $\Delta H_R$ ,  $\Delta H_A$ , siehe Abb. 5

Tabelle V Gesamte Ausheilung durch Erholung ( $E^R$ ) und Rekristallisation ( $R^R$ ) in Abhängigkeit von Nachbehandlungstemperatur (T)

Verformungsgrad  $\epsilon = 50\%$  = konst.

|       | T<br>°C | $E^R = \Delta H_E / \Delta H_A$ | $R^R = \Delta H_R / \Delta H_A$ |
|-------|---------|---------------------------------|---------------------------------|
| M     | 500     | 0,63                            | 0,37                            |
|       | 550     | 0,65                            | 0,35                            |
|       | 600     | 0,56                            | 0,44                            |
| M 300 | 500     | 0,56                            | 0,44                            |
|       | 550     | 0,54                            | 0,46                            |
|       | 600     | 0,46                            | 0,54                            |
| M 550 | 500     | 0,74                            | 0,26                            |
|       | 550     | 0,57                            | 0,43                            |
|       | 600     | 0,26                            | 0,74                            |
| M 650 | 500     | 0,36                            | 0,64                            |
|       | 550     | 0,58                            | 0,42                            |
|       | 600     | 0,72                            | 0,28                            |
| P     | 500     | 0,34                            | 0,66                            |
|       | 550     | 0,23                            | 0,77                            |
|       | 600     | 0,29                            | 0,71                            |

$\Delta H_E$ ,  $\Delta H_R$ ,  $\Delta H_A$ , siehe Abb. 5

Tabelle VI : Mechanische Eigenschaften

| Dege-<br>nieren | Größe<br>Typ | $\sigma_S$<br>[ $\frac{N}{mm^2}$ ] | $\sigma_B$<br>[ $\frac{N}{mm^2}$ ] | $\delta_{plast}$<br>[%] | $\delta_G$<br>[%] | $\Psi = \frac{\sigma_B}{\sigma_S}$<br>[%] | HV<br>[10 $\frac{N}{mm^2}$ ] |
|-----------------|--------------|------------------------------------|------------------------------------|-------------------------|-------------------|-------------------------------------------|------------------------------|
| M 300 [30%]     | 0            | 1190                               | 1420                               | 0,28                    | 0,21              | 1,4                                       | 552                          |
|                 | I            | 1420                               | 1590                               | 0,47                    | 0,35              | 9,2                                       | 485                          |
|                 | II           | 792                                | 750                                | 3,6                     | 1,2               | 18,2                                      | 302                          |
|                 | III          | 775                                | 736                                | 7,9                     | 4,4               | 22,0                                      | 225                          |
|                 | IV           | 337                                | 493                                | 17,7                    | 13,0              | 20,4                                      | 164                          |
| M 650 [50%]     | 0            | 895                                | 1020                               | 2,3                     | 0,34              | 9,2                                       | 293                          |
|                 | I-II         | 710                                | 904                                | 2,94                    | 1,26              | 15,5                                      | 296                          |
|                 | III          | 565                                | 535                                | 3,94                    | 1,7               | 17,4                                      | 206                          |
|                 | IV           | 415                                | 433                                | 11,4                    | 8,4               | 28,9                                      | 145                          |
| M 10%<br>[10%]  | 0            | 370                                | 585                                | 12,4                    | 7,2               | 20                                        | 258                          |
|                 | 0            | 1070                               | 1300                               | 0,68                    | 0,57              | 6,2                                       | 354                          |
|                 | 0            | 330                                | 491                                | 12,5                    | 10,8              | 28,6                                      | 200                          |

Tabelle VII: Mittlere Korngröße [ $\mu\text{m}$ ] am Ende der  
Rekristallisation. Auslagerungstemp.: 550°C

| Verformung<br>ε [%] | Vorbehandlung |       |       |       |    |
|---------------------|---------------|-------|-------|-------|----|
|                     | M             | M 300 | M 550 | M 650 | p  |
| 10                  | -             | -     | -     | -     | 22 |
| 30                  | 31            | 34    | 35    | 190   | 20 |
| 50                  | 15            | 24    | 24    | 86    | 14 |
| 70                  | 14            | 20    | 14    | 15    | 9  |
| 80                  | -             | 21    | -     | -     | -  |
| 90                  | 12            | 25    | 24    | 7     | 7  |

\* Nachbehandlungstemperatur 550°C

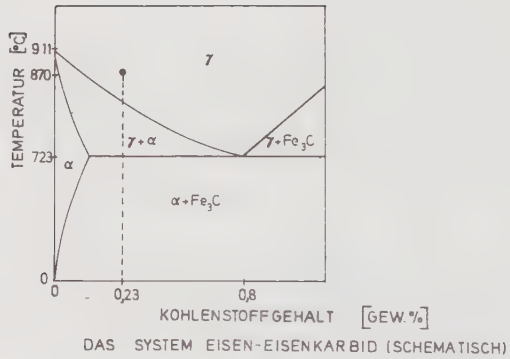
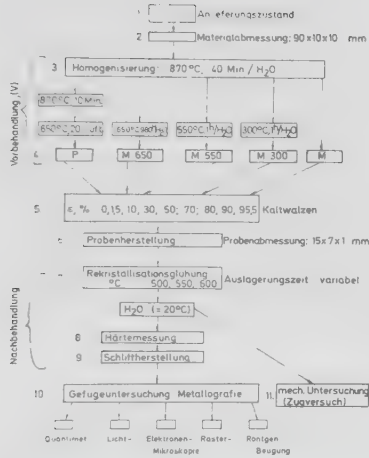


Abb. 1

a)



b)

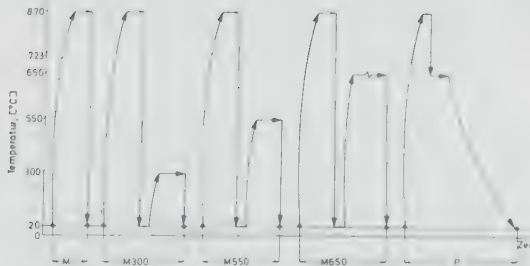


Abb. 2

a) Übersicht über die Reihenfolge des Versuchsprogrammes.

b) Schema zur Herstellung der Dispersionen.

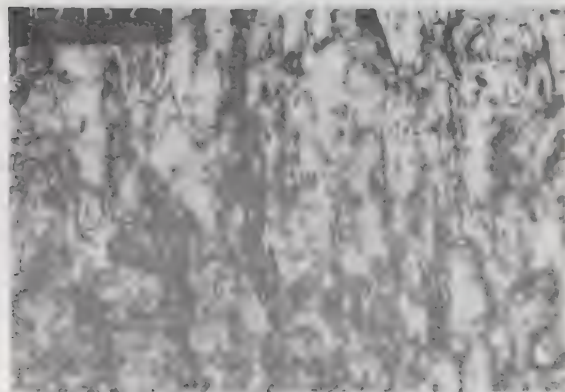
a)



1 μm

30 μm

b)



M300

0,5 μm

c)

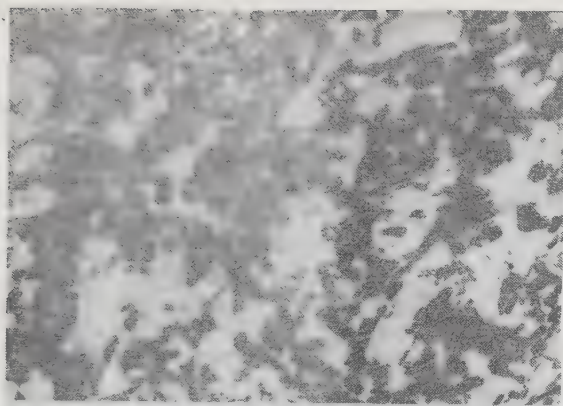


M550

15 μm

Abb. 2-f Ausgangsdispersionen (Vorbehandlung).

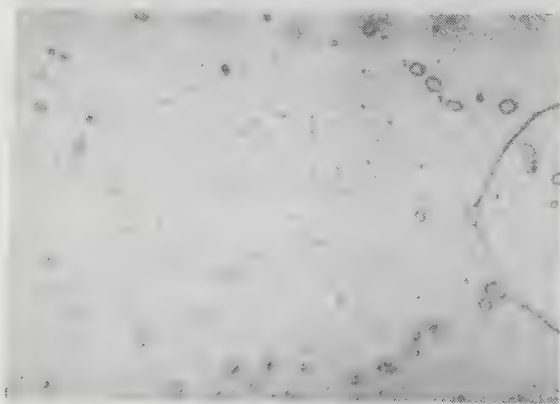
d)



M550

— 0.5  $\mu\text{m}$

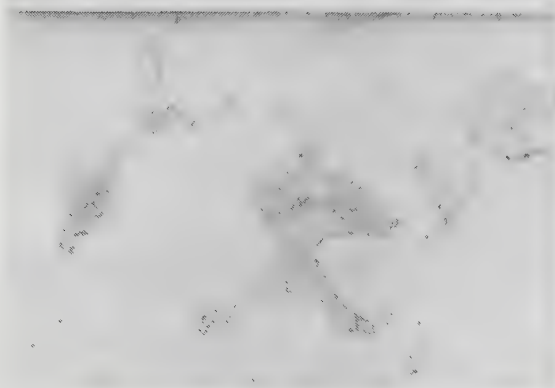
e)



M650

— 7  $\mu\text{m}$

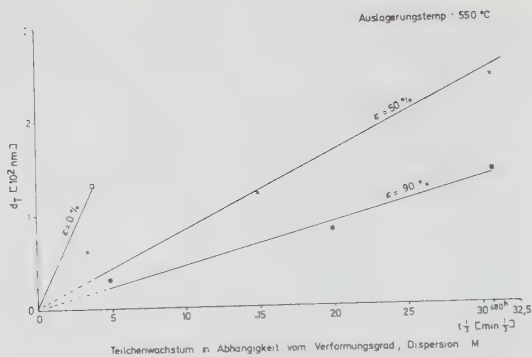
f)



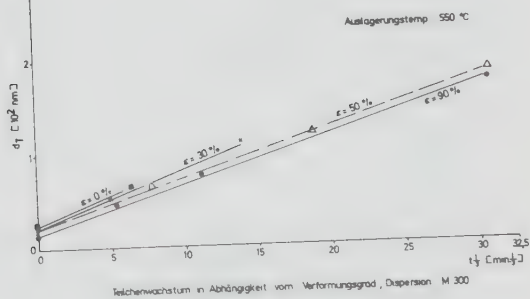
P

— 5  $\mu\text{m}$

a)



b)



c)

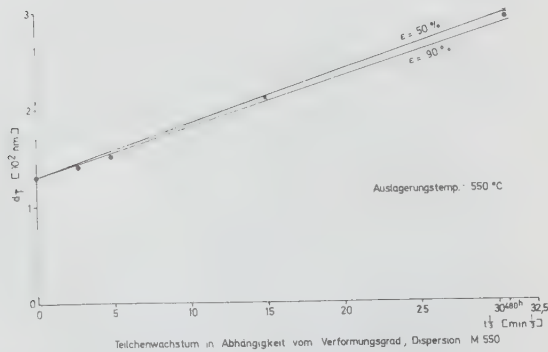
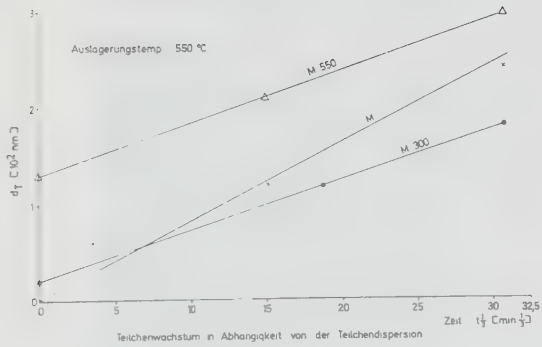
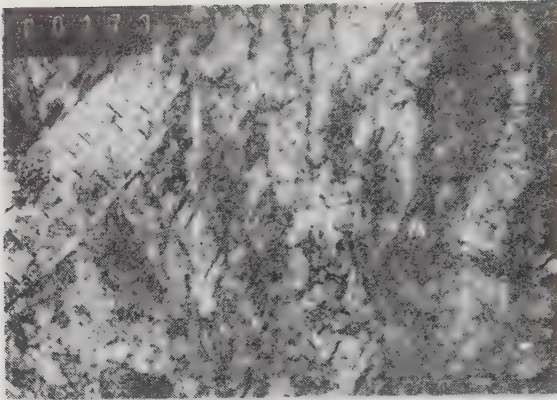


Abb.4a-d Teilchenwachstum in C22

4d)

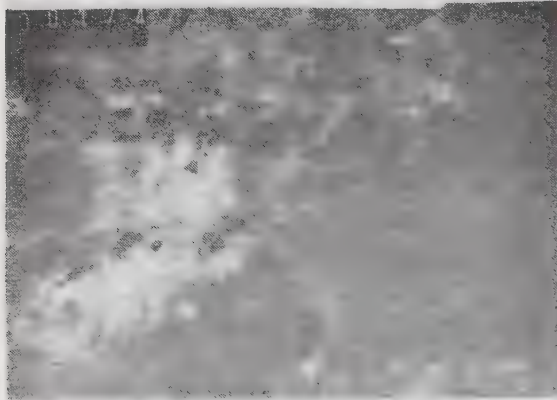




1.

M/0%/550°C, 40s

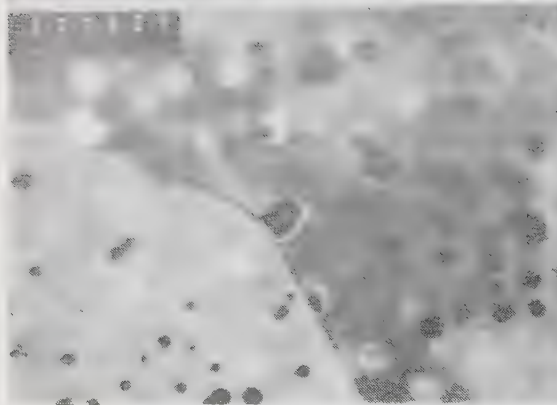
→ 0,5 μm



2.

M/0%/550°C, 9min.

→ 0,3 μm



3.

M300/90%/550°C,  
480 h

→ 0,5 μm

Abb.4e Teilchenanordnung nach thermomechanischer  
Behandlung.

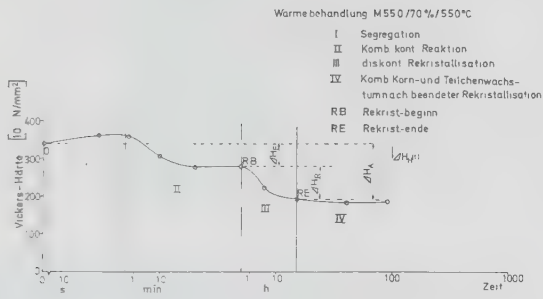
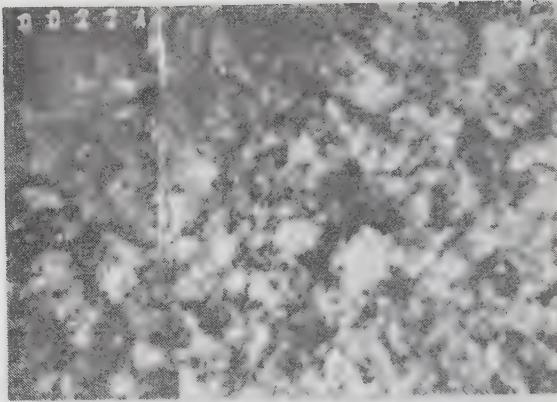


Abb.5 Zuordnung des Härteverlaufs mit den Reaktionstypen.

a)



Gefügetyp I

M/90%/550°C, 46s

0,5  $\mu\text{m}$

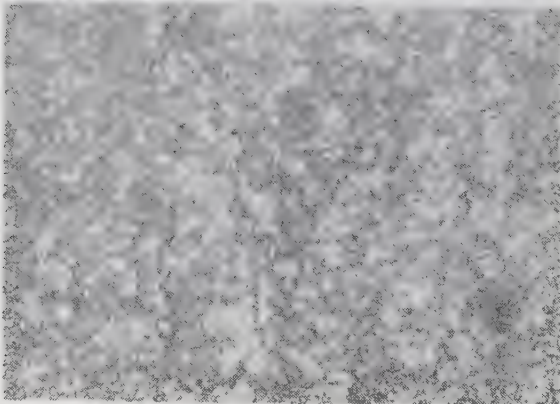
b)



Gefügetyp II

M550/90%/550°C, 1'

0,2  $\mu\text{m}$



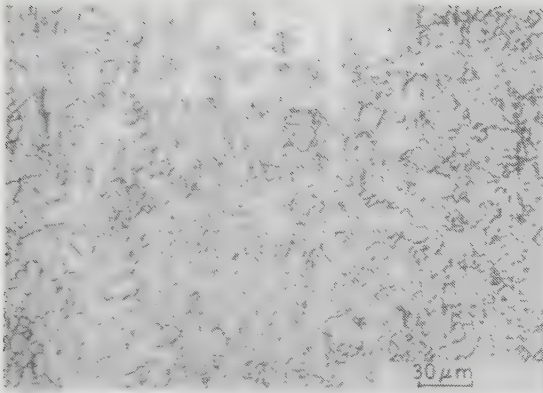
Gefügetyp III

M550/30%/550°C, 60h

200  $\mu\text{m}$

Abb. 6a-d Gefüge der Reaktionstypen.

6d)

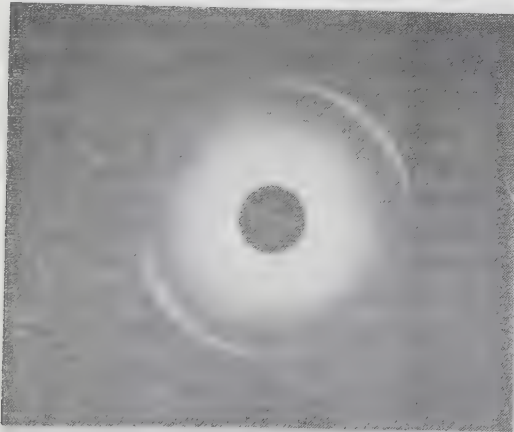


Gefügetyp IV

M650/90%/550°C, 1h

— 30 µm

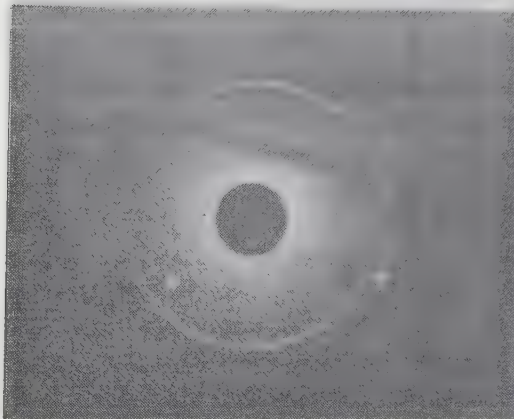
e)



Gefügetyp I

M/90%/550°C, 20s

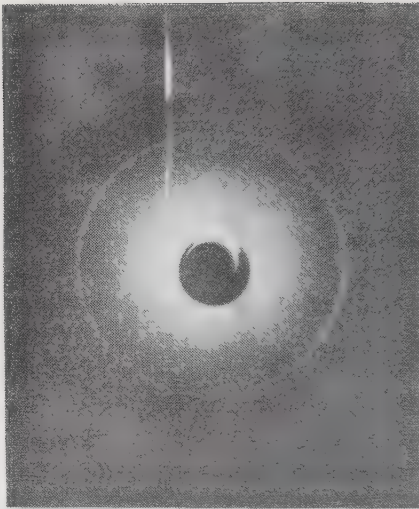
f)



Gefügetyp II

M/50%/550°C, 10min.

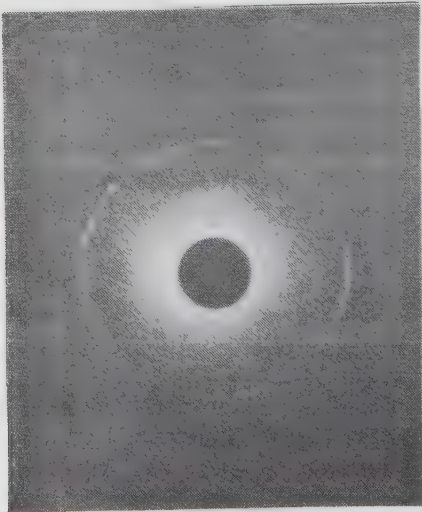
g)



Gefügetyp III

M300/50%/550°C, 2h

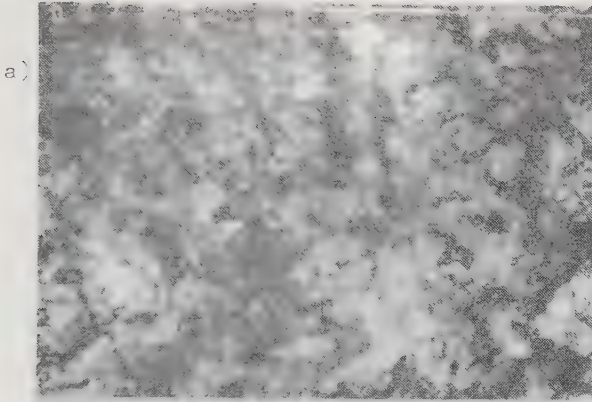
h)



Gefügetyp IV

M/50%/550°C, 30h

Abb. 6e-h Röntgen-Rückstrahlaufnahmen verschiedener Gefügetypen.



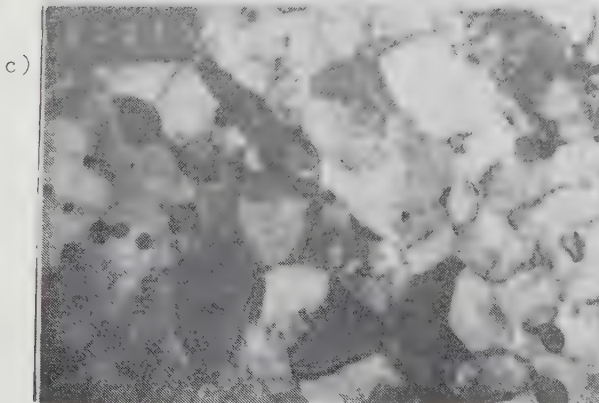
550°C, 30s

0,5 µm



550°C, 1min.

0,5 µm



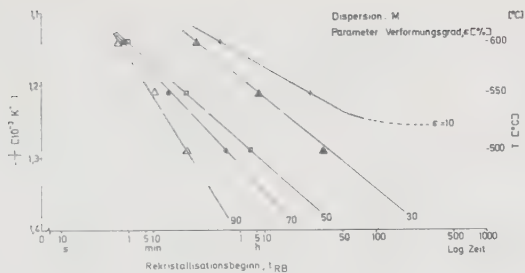
550°C, 20min.

0,5 µm

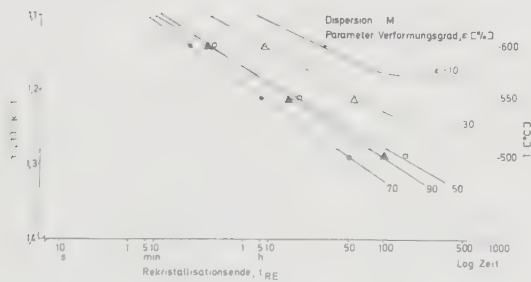
Abb.7a-c Kombinierte Subkorn- und Teilchenwachstum  
in M550/90%/



a1)



a2)



b1)

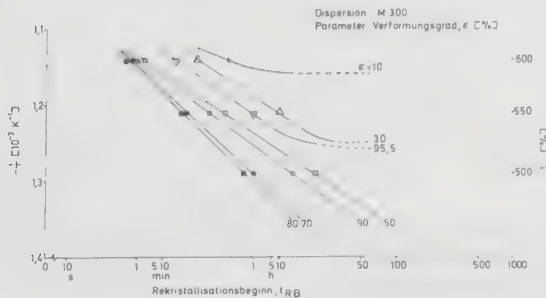
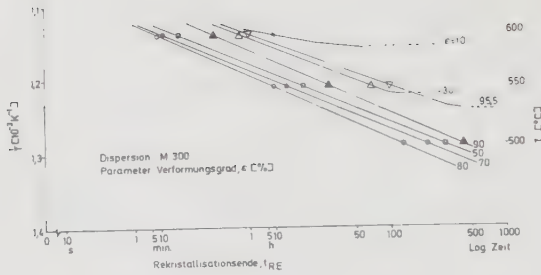
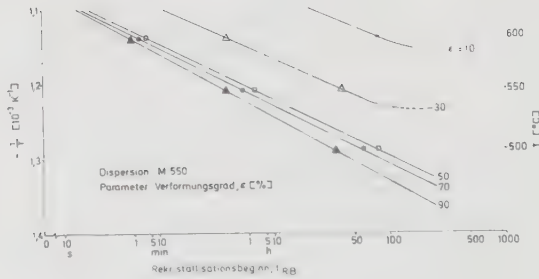


Abb.10 a1-e2 Zeit-Temperatur-Reaktionsdiagramme der verschiedenen Dispersionen.

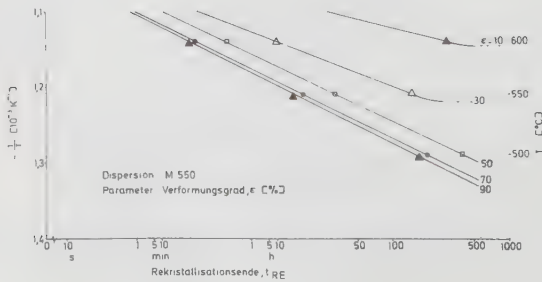
10b2)



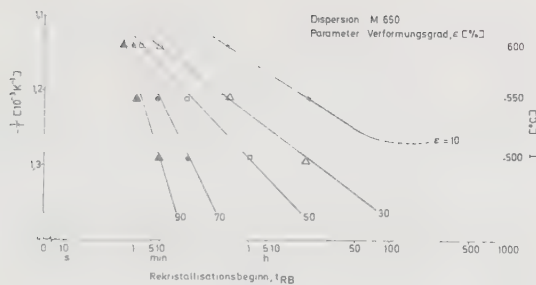
c1)



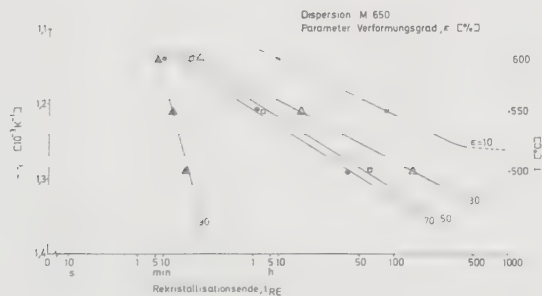
c2)



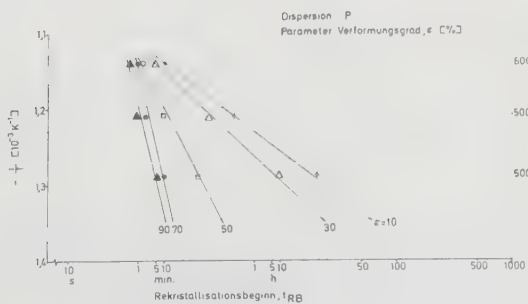
10d1)



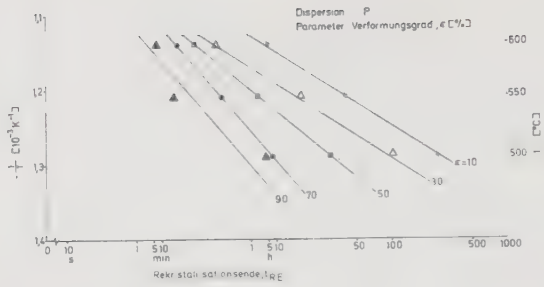
d2)



e1)



10e2)



11a)

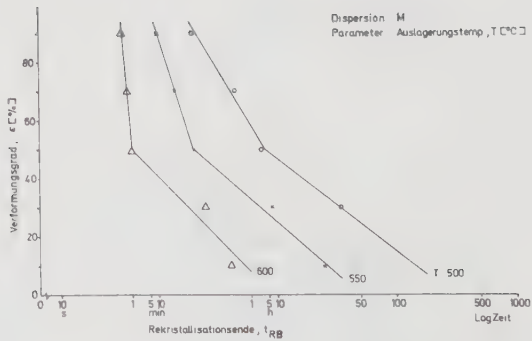
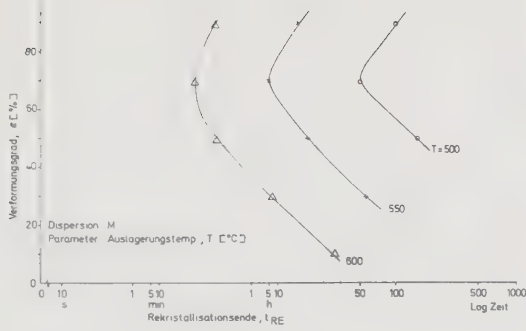
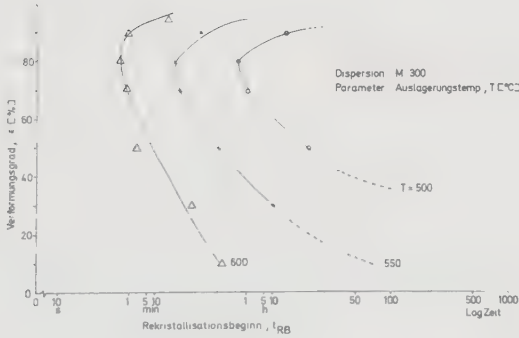


Abb. 11a-n Zeit-Verformungsgrad-Reaktionsdiagramme der verschiedenen Dispersionen.

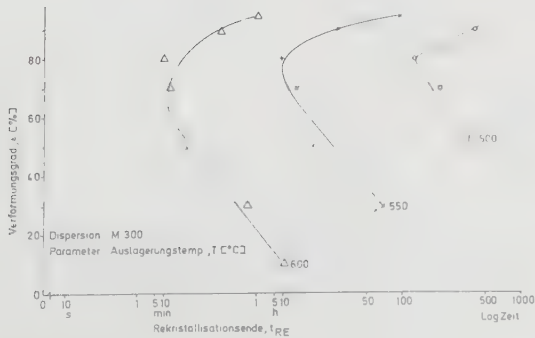
11b)



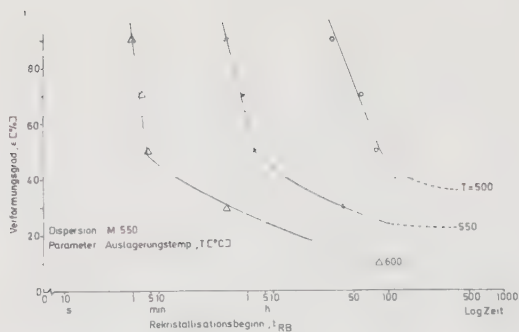
c)



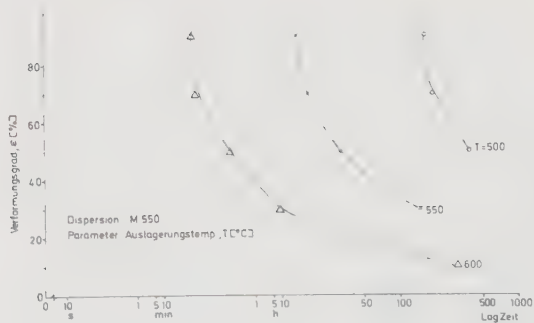
d)



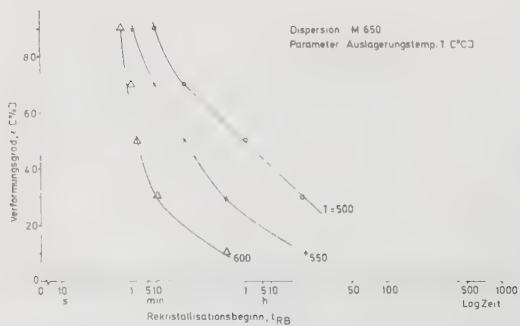
11e)



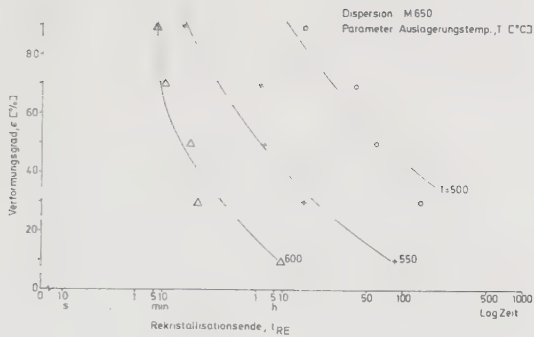
f)



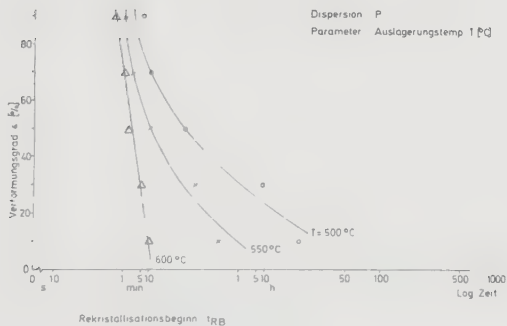
g)



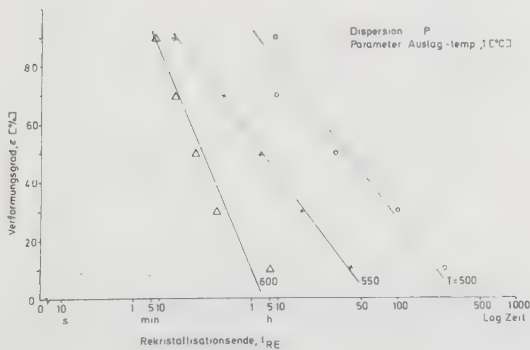
11h)



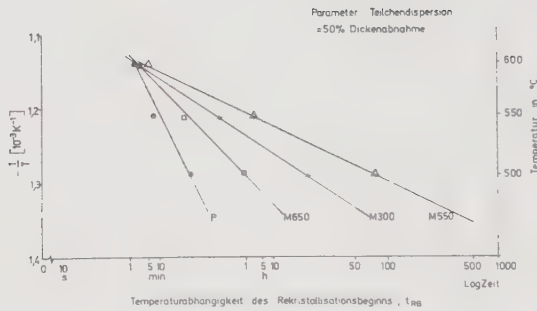
k)



n)



a)



b)

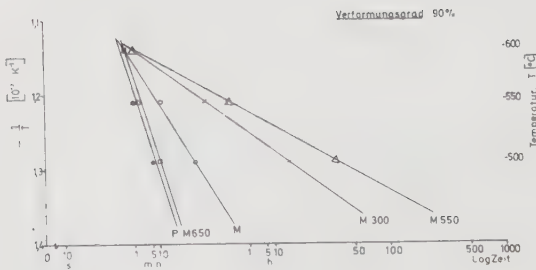
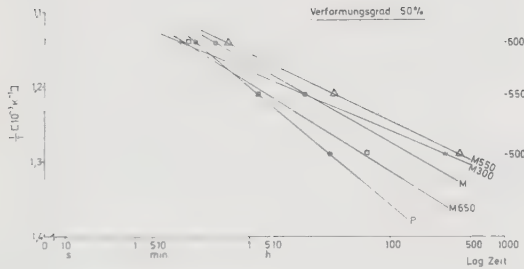


Abb.12a-b Temperaturabhängigkeit des Rekristallisationsbeginns für die verschiedenen Dispersionen.

a)



b)

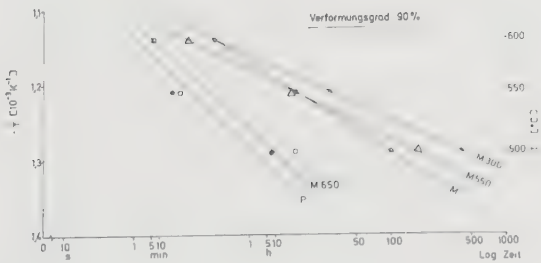


Abb. 13a-b Temperaturabhängigkeit des Rekristallisationsablaufs ( $t_{RE}$ ) für verschiedene Dispersionen.

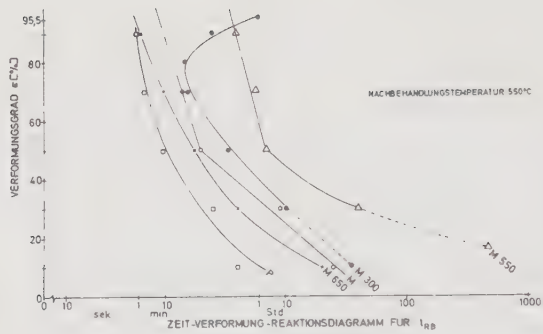
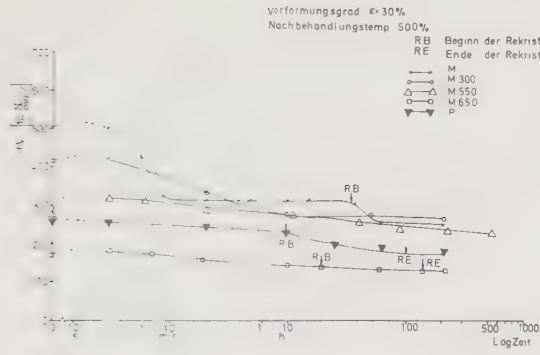
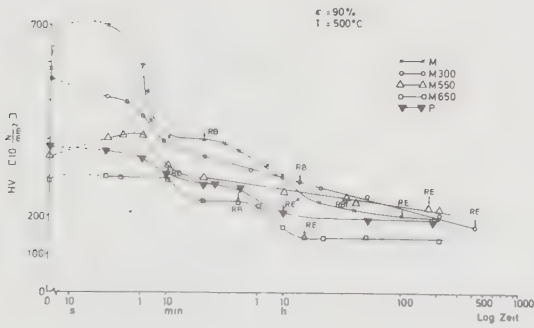


Abb. 14 Verformungsgradabhängigkeit des Rekristallisationsbeginns ( $t_{RB}$ ) bei den verschiedenen Dispersionen.

a)



b)



c)

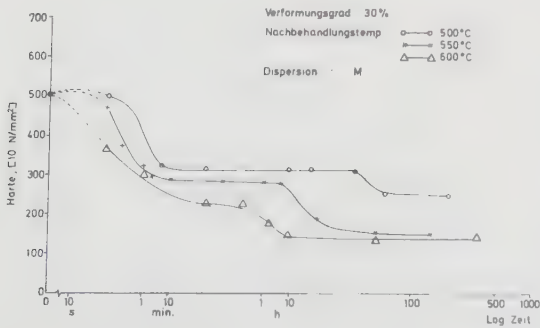
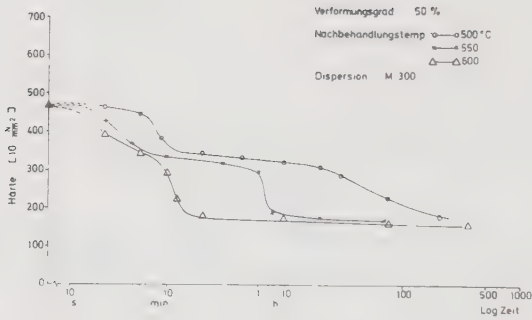
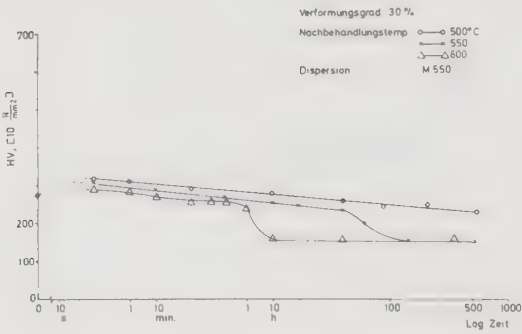


Abb.15a-f Härteänderung in Abhängigkeit von Dispersion, Temperatur und Verformungsgrad.

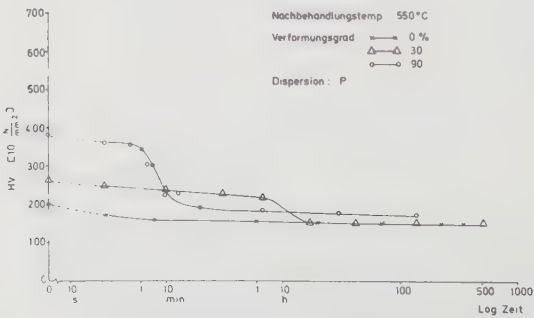
15d)



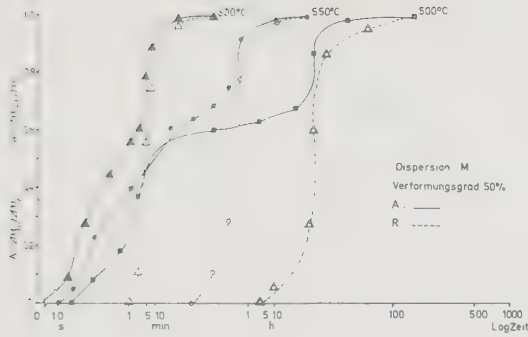
e)



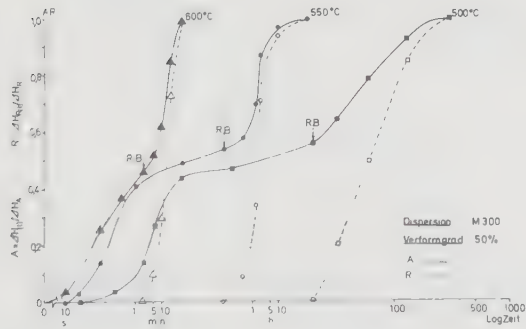
f)



a)



b)



c)

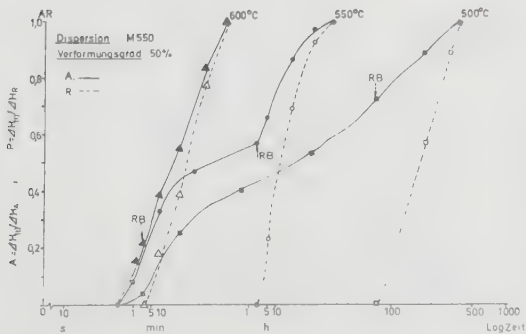
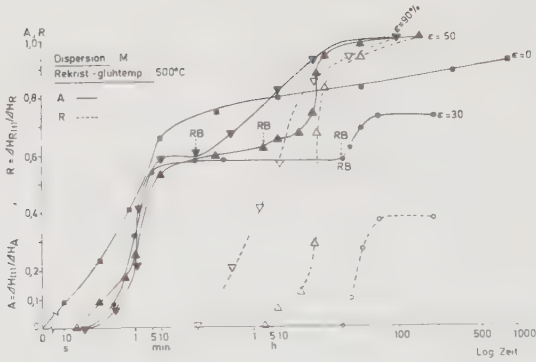
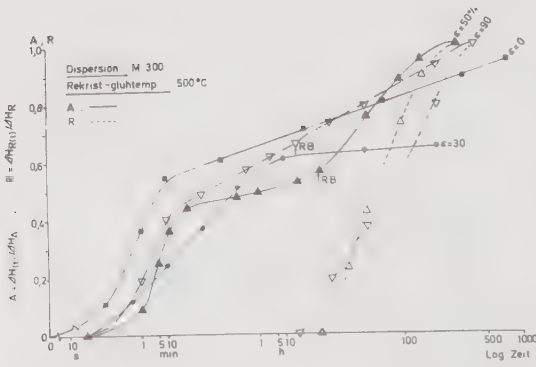


Abb.16a-c Temperaturabhängigkeit des Ausheil- und Rekristallisationsgrades(A,R).

a)



b)



c)

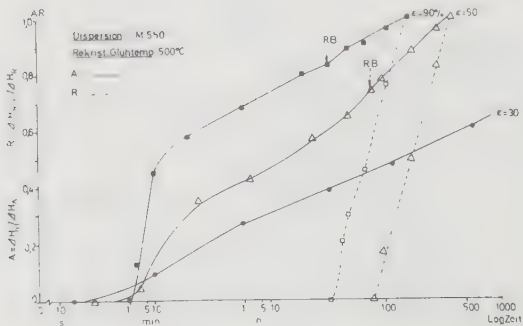
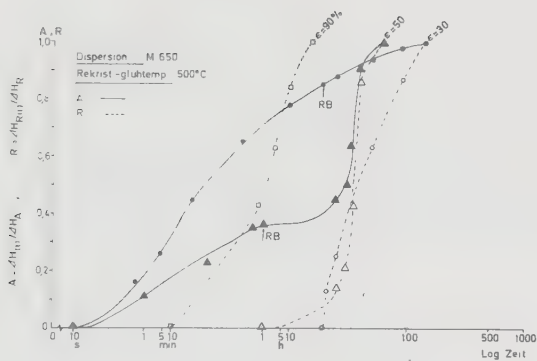
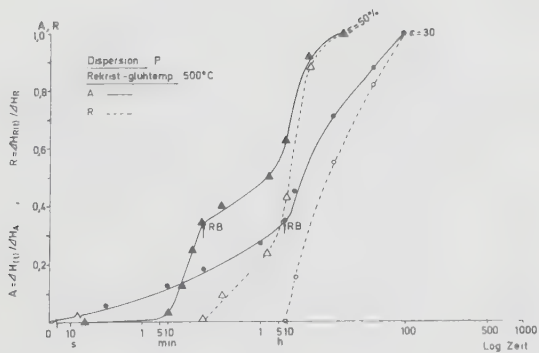


Abb.17a-e Ausheil- und Rekristallisationsgrad (A,R)  
in Abhängigkeit von Verformungsgrad.

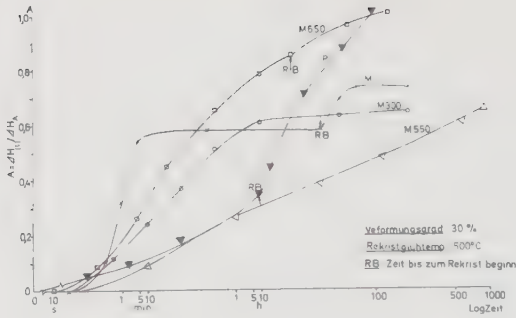
17d)



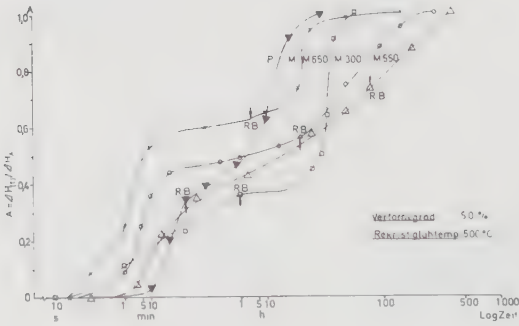
e)



a)



b)



c)

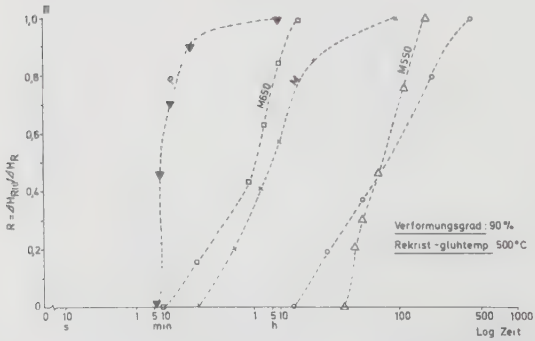


Abb.18a-c Ausheil- und Rekristallisationsgrad (A,R) als Funktion von Dispersion und Verformungsgrad.

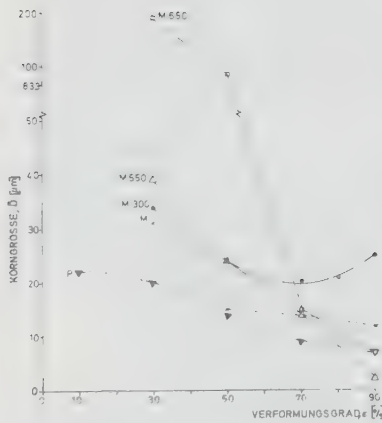
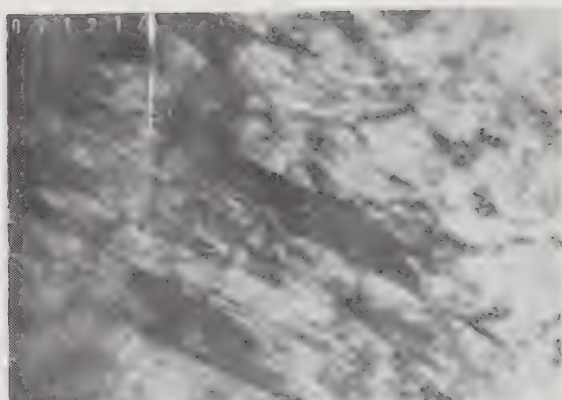


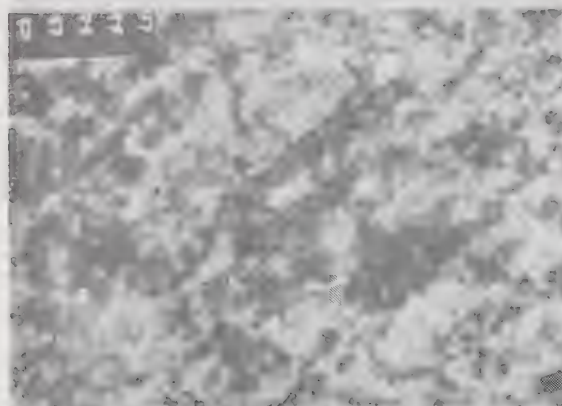
Abb.19 Mittlere Korngröße am Ende der Rekristallisation  
in Abhängigkeit von Verformungsgrad.  
Auslagerungstemperatur: 550°C

20a)



0,5 μm

b)



0,5 μm

c)



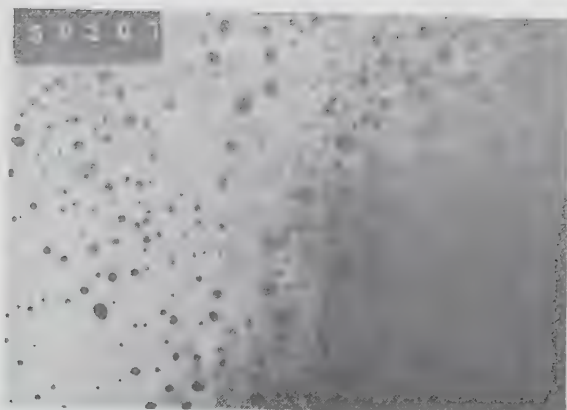
0,5 μm

20d)



0,5  $\mu$ m

20e)



0,5  $\mu$ m

20f

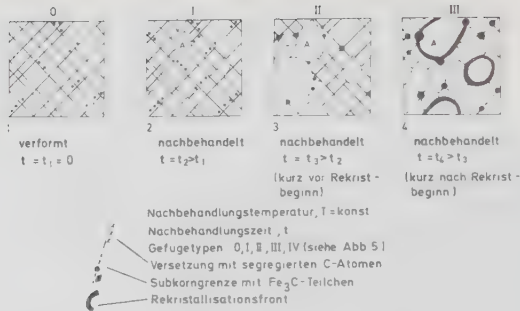


Abb.20

a-e: Rekristallisationsablauf in M

f : Rekristallisationsmechanismus in M (schematisch)

- a+f1): M/50%/ ; verformtes Martensitgefüge mit inhomogener Verteilung der Versetzung; segregierte Kohlenstoff-Atome an Versetzungen.
- b+f2): M/90%/ 550°C, 46s : Bildung zahlreicher Subkörner mit großem Orientierungsunterschied in den am meisten gestörten Kristallgebieten.
- c+f3) : M/50%/550°C, 42 min.: Bildung von Rekristallisationskeimen aus den Subkörnern deren Wachstum durch ausgeschiedene Teilchen etwas behindert wird.
- d+f4) : wie c) : Wanderung von Rekristallisationsfront in die erholte Matrix.
- e) : M/90%/550°C, 480h : Vollständig rekristallisierte Matrix; regellose Verteilung der  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen.

a)



0,5  $\mu\text{m}$

b)



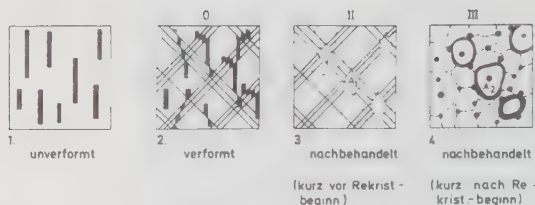
0,5  $\mu\text{m}$

c)



0,5  $\mu\text{m}$

21d)



(Erklärung der  
Symbole, in  
Abb. 20f )

Abb. 21

a-c: Rekristallisationsablauf in M300

d : Rekristallisationsmechanismus in M300 (schematisch)

d1) : Nadelförmige, schneidbare  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen

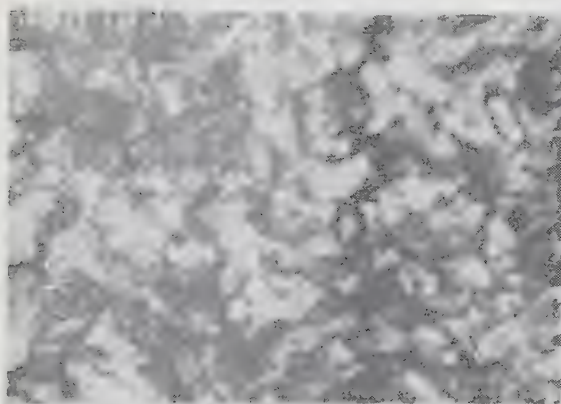
a+d2): M300/90% : Inhomogen verformtes Gefüge; Abscherung der nadelförmigen Teilchen während der Verformung.

d3) : Inhomogene Rekristallisationskeimbildung in den am meisten gestörten Stellen. Entstehung runder  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen auf Kosten der ursprünglich nadelförmigen.

b+d4): M300/90%/550°C, 30 min.: Sehr starke Behinderung der Rekristallisationsfront durch  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Teilchen; kontinuierliche Rekristallisation.

c) : M300/90%/550°C, 150 min. : Wanderung einer ziemlich teilchenfreien Rekristallisationsfront in die erholte Matrix.

a)



0,5 μm

b)



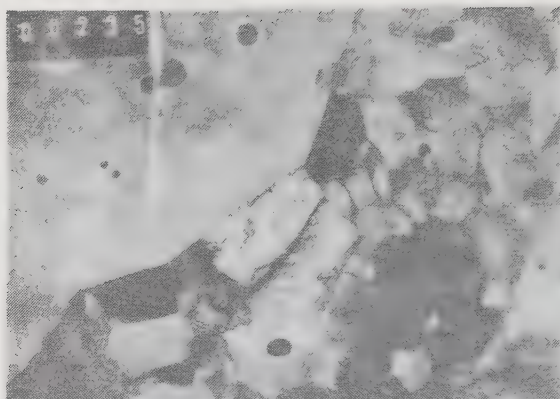
0,5 μm

c)



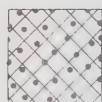
0,5 μm

22d)



0,5 µm

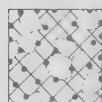
e)



1 nach Verformung

(Gefugetyp 0)

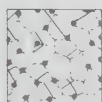
$t = t_1 = 0$



2 nachbehandelt

(Gefugetyp I u. II)

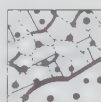
$t = t_2 > t_1$



3 nachbehandelt

(Gefugetyp II)

$t = t_3 > t_2$   
(kurz vor Rekrist.-  
beginn)



4 nachbehandelt

(Gefugetyp III)

$t = t_4 > t_3$   
(nach Rekrist.-beginn)

Nachbehandlungstemperatur =  $T = \text{konst}$

Nachbehandlungszeit  $t = t_1, t_2, t_3, t_4$

(Erklärung  
der Symbole,  
in Abb.20f)

Abb.22

a-d: Rekristallisationsablauf in M550

e : Rekristallisationsmechanismus in M550 (schematisch)

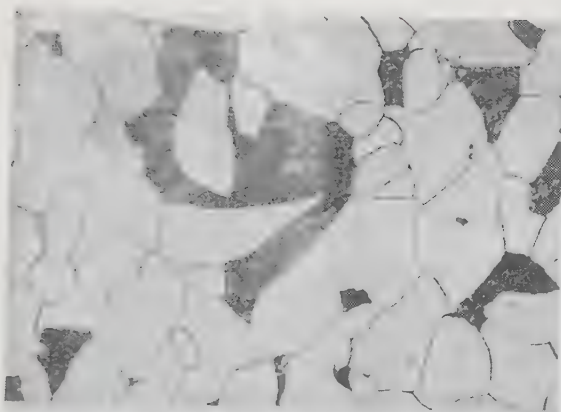
a+e1): M550/90%/ : Entstehung von gleichmäßigem Zellgefüge nach der Verformung.

b+e2): M550/90%/550°C, 30s : Bildung von regellos verteilten Subkörnern etwa gleicher Orientierung.

c+e3): M550/90%/550°C, 2h : Ausgeprägt homogenes Subkorngefüge; einige Subkörner erreichen die kritische Größe -- ihre Begrenzungen nehmen den Charakter einer Großwinkelkorngrenze an.

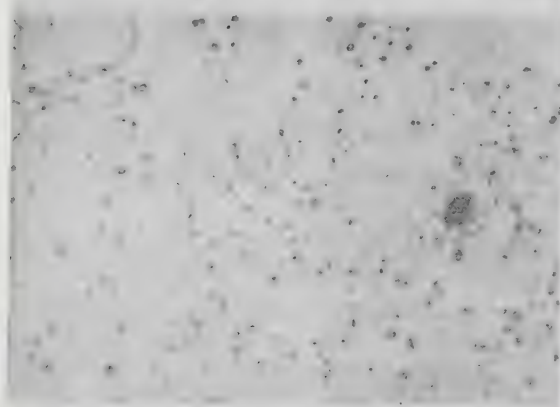
d+e4): wie c): Wanderung von Rekristallisationsfronten.

23a)



15  $\mu\text{m}$

b)



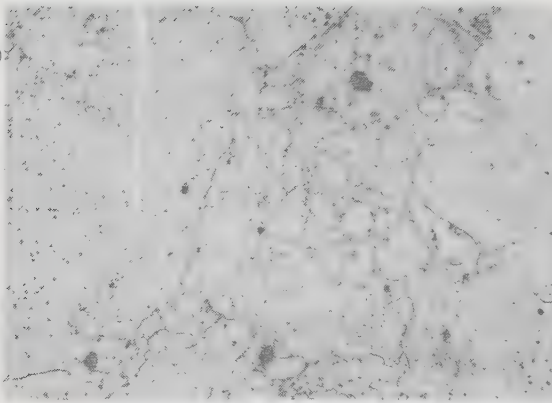
12  $\mu\text{m}$

c)



15  $\mu\text{m}$

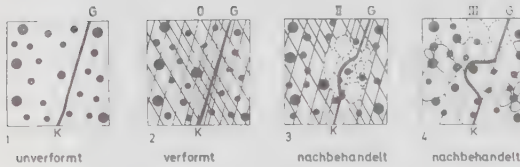
23a)



30 μm

e)

(Erklärung  
der Symbole,  
in Abb.20f)



KG ursprüngliche Korngrenze

f)

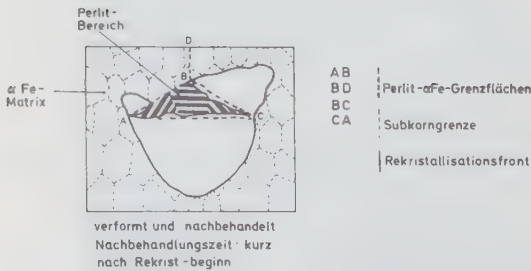


Abb.23

- a : Rekristallisationsablauf in P
- f: Rekristallisationsmechanismus in P (schematisch)
- b-d: Rekristallisationsablauf in M650
- e: Rekristallisationsmechanismus in M650 (schematisch)

a+f): Auslösung der Rekristallisation an der Phasengrenze von Perlit und  $\alpha$  Fe-Matrix sowie in der Perlitinsel;  
(P/10%/600°C, 20')

b+c+e4): Auslösung der Rekristallisation an Anschlüssen bzw. an großen Teilchen.

b): M650/50%/550°C, 42 min.

c): M650/70%/550°C, 10 min.

d+e3): M650/50%/550°C, 42 min.: Rekristallisationskeimbildung an ursprünglichen Korngrenzen.

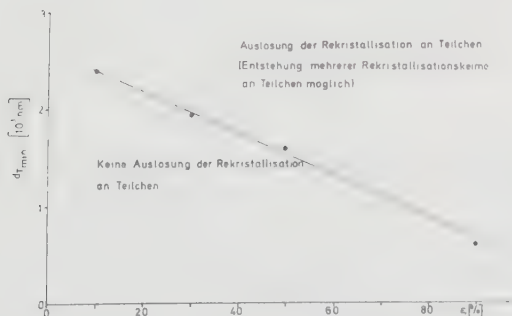
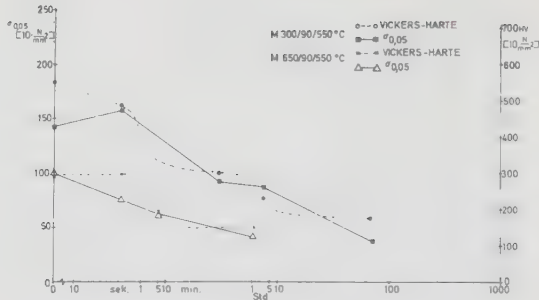
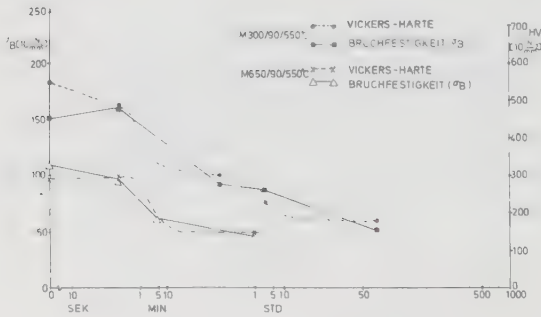


Abb.23g Auslösung der Rekristallisation an Teilchen:  
Kritische Teilchengröße als Funktion von  
Verformungsgrad.

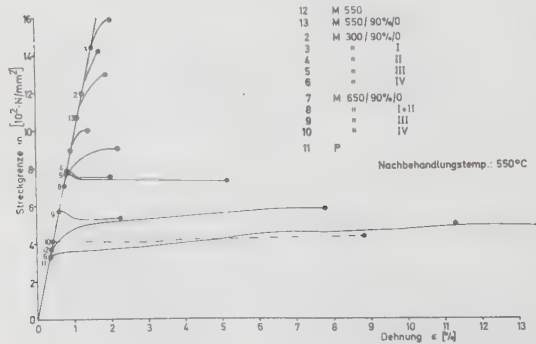
24a)



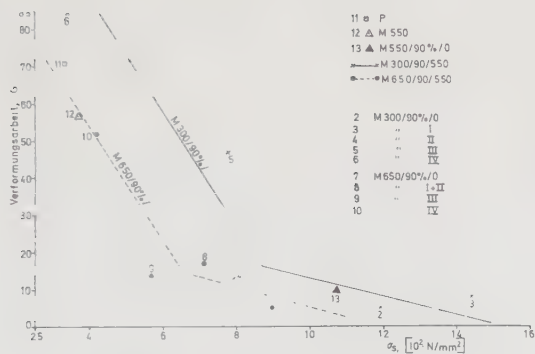
b)



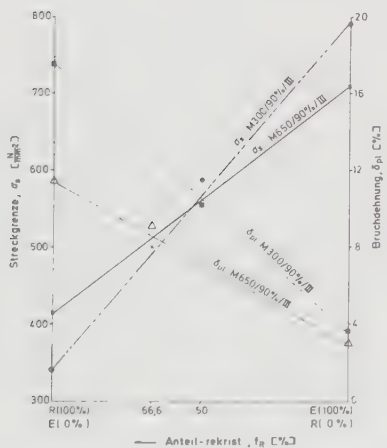
c)



2d)



e)



f)

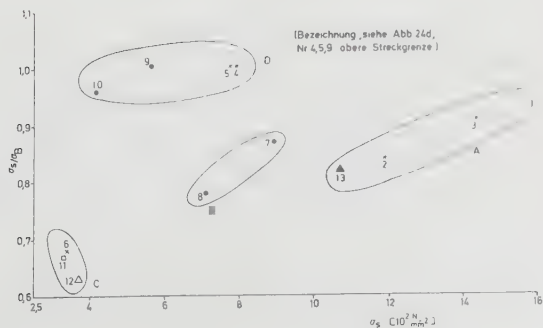


Abb. 24

- a) Zuordnung von Streckgrenze und Härte.
- b) Zuordnung von Bruchfestigkeit und Härte.
- c)  $\sigma - \epsilon$  - Diagramm (bis zu maximaler Last)  
verschiedener Gefügetypen.
- d) Verformungsarbeit verschiedener Gefügetypen  
als Funktion der Streckgrenze.
- e) Streckgrenze ( $\sigma_s$ ) und Bruchdehnung ( $\epsilon_{Pl}$ ) im  
teilkristallisierten Gefüge (Gefügetyp III).
- f) Verhältnis von Streckgrenze ( $\sigma_s$ ) zu Bruchfestig-  
keit ( $\sigma_b$ ) als Funktion von .

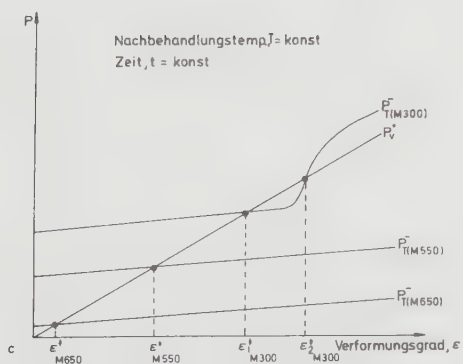
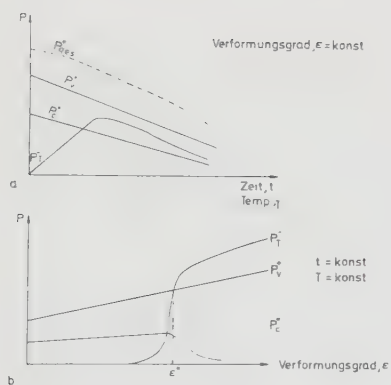


Abb. 25a-c

Abb.25

- a+b) Schematischer Verlauf der Rekristallisationskräfte in Abhängigkeit der Zeit, Temperatur und des Verformungsgrades; Dispersion: M
- $P_v^+$  : treibende Kraft durch Versetzungsabbau.  
 $P_c^+$  : treibende Kraft durch Abbau der Übersättigung  
 $P_T^-$  : rücktreibende Kraft durch ausgeschiedene Teilchen.  
 $P_{ges}^+$  : Bilanz aus  $P_v^+$ ,  $P_c^+$ ,  $P_T^-$
- c) Schematischer Verlauf der Rekristallisationskräfte in Abhängigkeit von Verformungsgrad; Dispersion : M300, M550, M650

Diese Arbeit wurde im Institut für Werkstoffe der Ruhr-Universität Bochum durchgeführt.

Herrn Prof. Dr.-Ing. E. Hornbogen danke ich für die mir gebotene Möglichkeit zur Durchführung der Arbeit und für seine stete Bereitschaft zu anregenden Diskussionen.

Weiterhin danke ich Herrn Prof. Dr. rer. nat. G. Lütjering herzlich für die Übernahme des Korreferats.

Viele Angestellte des Instituts für Werkstoffe der Ruhr-Universität Bochum halfen mir entweder durch wertvolle Anregungen oder bei der Durchführung der Experimente und der Fertigstellung des Manuskripts; ihnen allen gilt mein aufrichtiger Dank.

Der Friedrich-Ebert-Stiftung möchte ich an dieser Stelle meinen Dank dafür aussprechen, daß sie mich während dieser Arbeit finanziell unterstützt hat.



## Lebenslauf

|                     |                                                                                                                                                               |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Name                | Celestine Kamma                                                                                                                                               |
| geboren am          | 24.9.1941 in Mbaise Owerri/Nigeria                                                                                                                            |
| Staatsangehörigkeit | nigerianisch                                                                                                                                                  |
| Vater               | Kamma Nweke, Landwirt                                                                                                                                         |
| Mutter              | Ogbedia Kamma                                                                                                                                                 |
| 1947 - 1954         | Elementary School (Grundschule) : St. Benedict Omega Obizi; St. Dominic Ezinihitte East                                                                       |
| 1955 -1959          | Secondary School (Realschule) : Bishop Shanahan Secondary, Orlu                                                                                               |
| 1960 - 1961         | Higher School (Gymnasium) : Christ the King, Onitsha                                                                                                          |
| Jan. 1962 -         | Lehrer an der Mbaise Secondary School                                                                                                                         |
| Mai 1962            | Aboh Mbaise                                                                                                                                                   |
| Dez. 1962-          | Erlernung der deutschen Sprache in Köln;                                                                                                                      |
| März 1970           | Praktikantentätigkeit bei den Firmen Krauss-Maffei, M.A.N. in München; Fahrt in die Heimat (Nigeria); Maschinenbaustudium an der Techn. Universität, München; |
| Juni 1969 -         | Diplomarbeit im Institut für Metall-                                                                                                                          |
| März 1970           | kunde, Techn. Uni. München                                                                                                                                    |
| April 1970 -        | Hilfsassistent im Institut für Strömungsmechanik, Techn. Uni. München                                                                                         |
| August 1970         | wissenschaftlicher Mitarbeiter in Krupp                                                                                                                       |
| Jan. 1971 -         | Forschungsinstitut, Essen                                                                                                                                     |
| Dez. 1971           | Fahrt in die Heimat (Nigeria)                                                                                                                                 |
| 1972                | wissenschaftlicher Mitarbeiter im Institut für Werkstoffe, Ruhr-Univ. Bochum                                                                                  |
| seit Okt. 1972      |                                                                                                                                                               |





